

25. 8. 2004

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 3 年 8 月 2 9 日

REC'D 15 OCT 2004

WIPO

PCT

出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 3 0 7 8 0 3  
[ST. 10/C]: [ J P 2 0 0 3 - 3 0 7 8 0 3 ]

出 願 人  
Applicant(s): サンダイヤポリマー株式会社

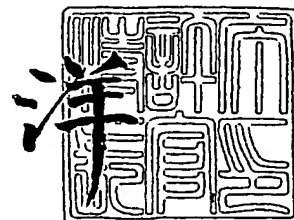
BEST AVAILABLE COPY

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 9 月 3 0 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願  
【整理番号】 SDP0099  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C08F251/00  
【発明者】  
    【住所又は居所】 東京都中央区日本橋本町一丁目5番6号 サンダイヤポリマー株式会社内  
    【氏名】 斉藤 太香雄  
【発明者】  
    【住所又は居所】 東京都中央区日本橋本町一丁目5番6号 サンダイヤポリマー株式会社内  
    【氏名】 田川 大輔  
【特許出願人】  
    【識別番号】 301023009  
    【氏名又は名称】 サンダイヤポリマー株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100112438  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 櫻井 健一  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 136251  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 図面 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【包括委任状番号】 0104705

## 【書類名】特許請求の範囲

## 【請求項1】

水溶性ビニルモノマー (a1) 及び／又は加水分解により (a1) となるビニルモノマー (a2) 並びに内部架橋剤 (b) を必須構成単位とする架橋重合体 (A) を含有してなり、下記測定法で求められる拡散下吸収量が40～70mlであることを特徴とする吸収性樹脂粒子。

測定法：垂直に立てた円筒（内径60mm、長さ50mm）の底部に金網（1）（目開き150μm）を有する濾過円筒容器（2）内に、測定試料（3）1.25gを金網（1）上に均一な厚みになるように投入し、投入管（4）（内径4mm、長さ50mm）を円盤上面に対して垂直に配し内孔が円盤底面へ貫通してなる投入管付円盤（5）（直径59mm、厚み4mm、重量29g）を測定試料（3）の上に円盤（5）の底面と測定試料（3）とが接するようにしてのせ、さらに円盤（5）の円盤上面にリング状重り（6）（外径50mm、内孔径16mm、重量150g）をのせた後、10ml／分の速度で生理食塩水（25℃）を投入管（4）から連続的に注いで注ぎ始めてから金網（1）から生理食塩水が漏出し始めるまでに要した時間（T）を測定し、式（1）から拡散下吸収量を算出する。ただし、注いだ生理食塩水が金網（1）から漏出する前に投入管（4）の上端から5mm下のラインに達した場合この達した時点で測定を中止し測定不能である旨を記録する。

## 【数1】

$$\text{拡散下吸収量 (ml)} = 10 \text{ (ml/分)} \times T \text{ (分)} \quad (1)$$

## 【請求項2】

水溶性ビニルモノマー (a1) 及び／又は加水分解により (a1) となるビニルモノマー (a2) 並びに内部架橋剤 (b) を必須構成単位とする架橋重合体 (A) を含有してなり、式（2）及び（3）を満たしてなることを特徴とする吸収性樹脂粒子。

## 【数2】

$$30 \leq (X) \leq 70 \quad (2)$$

$$(Z) \leq -0.0071(Y) + 2.7 \quad (3)$$

式中、(X)は生理食塩水に1時間浸漬後の吸収性樹脂粒子の保水量(g/g)であり、(Y)は吸収性樹脂粒子を生理食塩水に1時間浸漬後の21.4Paの荷重下における生理食塩水の通液速度(ml/分)である。また、(Z)は、生理食塩水での飽和膨潤度の70体積％に到達するまでの吸収時間(分)である。

## 【請求項3】

さらに、式（4）を満たしてなる請求項2記載の吸収性樹脂粒子。

## 【数3】

$$10 \leq (Y) \leq 100 \quad (4)$$

## 【請求項4】

水溶性ビニルモノマー (a1) 及び／又は加水分解により (a1) となるビニルモノマー (a2) 並びに内部架橋剤 (b) を必須構成単位とする架橋重合体 (A) と疎水性物質 (C) とを含有してなる吸収性樹脂粒子であって、吸収性樹脂粒子の内部に (C) からなる連結部 (RC) を含んでなる構造を有することを特徴とする吸収性樹脂粒子。

## 【請求項5】

水溶性ビニルモノマー (a1) 及び／又は加水分解により (a1) となるビニルモノマー (a2) 並びに内部架橋剤 (b) を必須構成単位とする架橋重合体 (A) と、表面の一部又は全部に疎水性物質 (C) をコーティング又は含浸した材料 (D) とを必須構成成分としてなることを特徴とする吸収性樹脂粒子。

## 【請求項 6】

疎水性物質（C）の H L B 値が 1 ～ 1 0 である請求項 4 又は 5 記載の吸収性樹脂粒子。

## 【請求項 7】

疎水性物質（C）がシリコン又は変性シリコンである請求項 4 ～ 6 のいずれかに記載の吸収性樹脂粒子。

## 【請求項 8】

拡散浸透剤（E）を構成成分としてさらに含んでなる請求項 4 ～ 7 のいずれかに記載の吸収性樹脂粒子。

## 【請求項 9】

請求項 1 ～ 8 のいずれかに記載の吸収性樹脂粒子と繊維状物とを含有してなる吸収体。

## 【請求項 1 0】

請求項 9 記載の吸収体を備えてなる吸収性物品。

## 【書類名】明細書

【発明の名称】吸収性樹脂粒子とこれを用いてなる吸収体及び吸収性物品

【技術分野】

【0001】

本発明は吸収性樹脂粒子とこれを用いてなる吸収体及び吸収性物品に関する。

【背景技術】

【0002】

重合開始剤量、重合温度及び重合濃度等を変え最適化する方法や、チオール等の連鎖移動剤を使用する方法により吸収量を高めた架橋重合体が知られている（特許文献1）。また、重合体粒子の表面近傍を処理する方法等により、荷重下での吸収量等を高めた架橋重合体が数多く提案されている（特許文献2及び3等）。また、重合体粒子を多孔質にすることで吸収速度を高めた架橋重合体が提案されている（特許文献4等）。

【特許文献1】特開平3-179008号公報

【特許文献2】特許第267529号公報

【特許文献3】ヨーロッパ公開特許第618005A号公報

【特許文献4】特開2002-212331号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

従来の架橋重合体を用いた吸収性物品（紙おむつ等）は、使用者が装着した状態で座ったり横になったような場合に吸収量及び吸収速度の低下を招き、その結果モレ等の問題を生じやすかった。そして、このようなモレ等の問題がない吸収性物品、これに使用し得る吸収性樹脂粒子が強く望まれている。

すなわち、本発明の目的は、どのような状態においても高い吸収性能（吸収量及び吸収速度）を発揮し、モレが生じにくい吸収性物品に用いることができる吸収性樹脂粒子を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0004】

本発明者らは、上記目的を達成すべく鋭意検討した結果、特定の物性値を有する吸収性樹脂粒子、特定構造を有する吸収性樹脂粒子、及び特定の構成成分からなる吸収性樹脂粒子が上記課題を解決できることを見出し本発明の到達した。

【0005】

すなわち、本発明の第1発明は、水溶性ビニルモノマー（a1）及び／又は加水分解により（a1）となるビニルモノマー（a2）並びに内部架橋剤（b）を必須構成単位とする架橋重合体（A）を含有してなり、下記測定法で求められる拡散下吸収量が40～70mlであることを特徴とする吸収性樹脂粒子である。

測定法：垂直に立てた円筒（内径60mm、長さ50mm）の底部に金網（1）（目開き150 $\mu$ m）を有する濾過円筒容器（2）内に、測定試料（3）1.25gを金網（1）上に均一な厚みになるように投入し、投入管（4）（内径4mm、長さ50mm）を円盤上面に対して垂直に配し内孔が円盤底面へ貫通してなる投入管付円盤（5）（直径59mm、厚み4mm、重量29g）を測定試料（3）の上に円盤（5）の底面と測定試料（3）とが接するようにしてのせ、さらに円盤（5）の円盤上面にリング状重り（6）（外径50mm、内孔径16mm、重量150g）をのせた後、10ml／分の速度で生理食塩水（25℃）を投入管（4）から連続的に注いで注ぎ始めてから金網（1）から生理食塩水が漏出し始めるまでに要した時間（T）を測定し、式（1）から拡散下吸収量を算出する。ただし、注いだ生理食塩水が金網（1）から漏出する前に投入管（4）の上端から5mm下のラインに達した場合この達した時点で測定を中止し測定不能である旨を記録する。

## 【数1】

$$\text{拡散吸収量 (ml)} = 10 \text{ (ml/分)} \times T \text{ (分)} \quad (1)$$

## 【0006】

また、第2発明は、水溶性ビニルモノマー (a1) 及び/又は加水分解により (a1) となるビニルモノマー (a2) 並びに内部架橋剤 (b) を必須構成単位とする架橋重合体 (A) を含有してなり、式 (2) 及び (3) を満たしてなることを特徴とする吸収性樹脂粒子である。

## 【数2】

$$30 \leq (X) \leq 70 \quad (2)$$

$$(Z) \leq 0.0071 (Y) + 2.7 \quad (3)$$

式中、(X) は生理食塩水に1時間浸漬後の吸収性樹脂粒子の保水量 (g/g) であり、(Y) は吸収性樹脂粒子を生理食塩水に1時間浸漬後の21.4 Paの荷重下における生理食塩水の通液速度 (ml/分) である。また、(Z) は、生理食塩水での飽和膨潤度の70体積%に到達するまでの吸収時間 (分) である。

## 【0007】

また、第3発明は、水溶性ビニルモノマー (a1) 及び/又は加水分解により (a1) となるビニルモノマー (a2) 並びに内部架橋剤 (b) を必須構成単位とする架橋重合体 (A) と疎水性物質 (C) とを含有してなる吸収性樹脂粒子であって、吸収性樹脂粒子の内部に (C) からなる連結部 (RC) を含んでなる構造を有することを特徴とする吸収性樹脂粒子である。

## 【0008】

また、第4発明は、水溶性ビニルモノマー (a1) 及び/又は加水分解により (a1) となるビニルモノマー (a2) 並びに内部架橋剤 (b) を必須構成単位とする架橋重合体 (A) と、表面の一部又は全部に疎水性物質 (C) をコーティング又は含浸した材料 (D) とを必須構成成分としてなることを特徴とする吸収性樹脂粒子である。

## 【発明の効果】

## 【0009】

本発明の吸収性樹脂粒子は、保水性能 (保水量) と含水ゲル粒子 (吸収性樹脂粒子が吸液して形成されるゲル状物) の通液速度及び吸収時間のバランスが格段に優れ、吸液後もさらっとした感触を示す。

したがって、紙おむつ及び生理用ナプキン等の吸収性物品に本発明の吸収性樹脂粒子を適用した場合、どのような状態においても優れた吸収性能 (吸収量及び吸収速度) を発揮し、モレが生じにくい吸収性物品が得られる。さらに、この吸収性物品は、どのような状態においても被吸収液体が逆戻りしにくい特徴を示す。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0010】

まず、第1～4発明に共通する、水溶性ビニルモノマー (a1) 及び/又は加水分解により (a1) となるビニルモノマー (a2) 並びに内部架橋剤 (b) を必須構成単位とする架橋重合体 (A) について説明する。

水溶性ビニルモノマー (a1) としては特に限定はないが、少なくとも1個の水溶性置換基とエチレン性不飽和基とを有するビニルモノマー等が使用できる。

## 【0011】

水溶性置換基としては、カルボキシル (塩) 基 ( $-\text{CO}_2\text{M}$ )、スルホ (塩) 基 ( $-\text{SO}_3\text{M}$ )、スルホン酸エステル (塩) からなる基 ( $-\text{OSO}_3\text{M}$ )、ホスホノ (塩) 基 ( $-\text{PO}(\text{OM})_2$ )、水酸基 ( $-\text{OH}$ )、アミノ基 ( $-\text{NR}_2$ )、アミドからなる基 ( $-\text{CONR}_2$ )、アンモニオ基 ( $-\text{NH}_3 \cdot \text{Y}$ ) 及び第2級、第3級又は第4級アンモニオ基 ( $-\text{NR}_3 \cdot \text{Y}$ ) 等が挙げられる。ここで、カルボキシル (塩) 基とは、カルボキシル基又はカルボン酸塩からなる基 (メタルカルボキシレート基又はアンモニウムカルボキシレート

基)を示す意味で用いている。他の基についても同様の趣旨である。

#### 【0012】

なお、Mは、水素原子、アルカリ金属（リチウム、ナトリウム及びカリウム等）、アルカリ土類金属（マグネシウム及びカルシウム等）又はアンモニウム（ $\text{NH}_4$ ）を表し、Rは水素原子又はヘテロ原子を含んでもよい炭素数1～7の炭化水素基（メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンジル、ヒドロキシエチル、トリフルオロメチル及びクロロエチル等）、Yはアンモニウムカチオンの対アニオン（塩素イオン、臭素イオン、メトサルフェートイオン及び硫酸イオン等）を表す。

#### 【0013】

水溶性ビニルモノマー（a1）としては、以下の（i）アニオン性ビニルモノマー、（ii）非イオン性ビニルモノマー及び（iii）カチオン性ビニルモノマー等が使用できる。

なお、（i）アニオン性ビニルモノマーは塩であってもよく、塩であるアニオン性ビニルモノマーとしては、アルカリ金属塩（ナトリウム塩及びカリウム塩等）、アルカリ土類金属塩（カルシウム塩及びマグネシウム塩等）、アンモニウム塩〔アンモニウム塩、テトラアルキル（炭素数1～8）アンモニウム塩（テトラメチルアンモニウム等）等〕、有機アミン〔炭素数1～8のアルキルアミン、炭素数2～8のアルカノールアミン、ポリアルキレン（炭素数1～8）ポリアミン（アミノ基数2～10）若しくはポリアルキレンポリアミンの誘導体〔炭素数1～8のアルキル基でアルキル化された化合物、あるいは炭素数2～12のアルキレンオキサイドが付加された化合物（アミノ基1個あたりの平均付加モル数1～30モル）等〕〕塩等が挙げられる。

#### 【0014】

（i）アニオン性ビニルモノマー

（i-1）カルボキシル（塩）基（ $-\text{CO}_2\text{M}$ ）を有するビニルモノマーとしては、炭素数3～30のビニル基含有カルボン酸（塩）等が用いられ、不飽和モノカルボン酸（（メタ）アクリル酸、（メタ）アクリル酸塩、クロトン酸及び桂皮酸等）；不飽和ジカルボン酸（マレイン酸、マレイン酸塩、フマル酸、シトラコン酸及びイタコン酸等）；及び前記不飽和ジカルボン酸のモノアルキル（炭素数1～8）エステル（マレイン酸モノブチルエステル、フマル酸モノブチルエステル、マレイン酸のエチルカルビトールモノエステル、フマル酸のエチルカルビトールモノエステル、シトラコン酸モノブチルエステル及びイタコン酸グリコールモノエステル等）等が挙げられる。

#### 【0015】

（i-2）スルホ（塩）基（ $-\text{SO}_3\text{M}$ ）を有するビニルモノマーとしては、炭素数2～30のビニル基含有スルホン酸（塩）等が用いられ、脂肪族又は芳香族ビニルスルホン酸（ビニルスルホン酸、（メタ）アリルスルホン酸、スチレンスルホン酸及び $\alpha$ -メチルスチレンスルホン酸等）；（メタ）アクリロイル含有アルキルスルホン酸（（メタ）アクリロキシプロピルスルホン酸、2-ヒドロキシ-3-（メタ）アクリロキシプロピルスルホン酸、2-（メタ）アクリロイルアミノ-2, 2-ジメチルエタンスルホン酸、3-（メタ）アクリロキシエタンスルホン酸、2-（メタ）アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸及び3-（メタ）アクリルアミド-2-ヒドロキシプロパンスルホン酸等）；及びアルキル（炭素数3～18）（メタ）アリルスルホコハク酸エステル等が挙げられる。本発明において、例えば、（メタ）アクリル・・・とか、（メタ）アリル・・・等の表現は、（メタ）アクリル・・・の場合、アクリル・・・又はメタクリル・・・を表し、（メタ）アリル・・・の場合、アリル・・・又はメタリル・・・を表す。

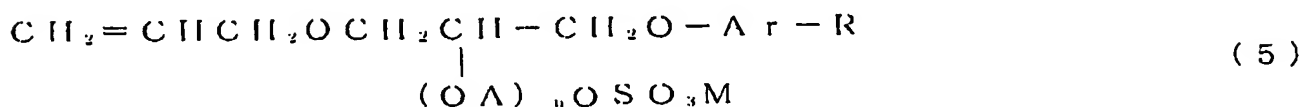
#### 【0016】

（i-3）スルホン酸エステル（塩）からなる基（ $-\text{OSO}_3\text{M}$ ）を有するビニルモノマーとしては、ヒドロキシアルキル（炭素数2～6）（メタ）アクリレートの硫酸エステル化物〔ヒドロキシエチル（メタ）アクリレートの硫酸エステル化物等〕；ポリ（重合度2～30）オキシアルキレン（アルキレン基の炭素数は2～4であり、重合形態は単独又はランダム及び／若しくはブロック）モノ（メタ）アクリレートの硫酸エステル化物〔ポリ

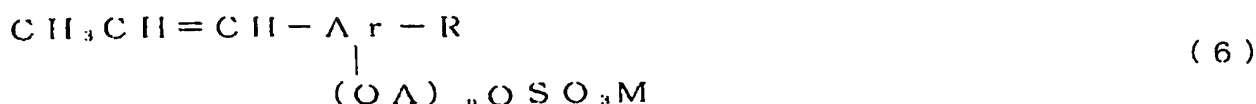
(重合度 5 ~ 15) オキシプロピレンモノメタクリレート硫酸エステル化物等] ; 及び一般式 (5)、(6) 又は (7) で示される化合物等が挙げられる。

【0017】

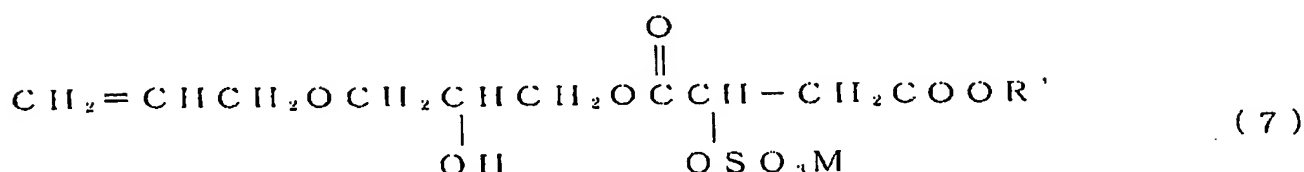
【化1】



【化2】



【化3】



【0018】

一般式 (5) ~ (7) 中、R は水素原子又は炭素数 1 ~ 15 のアルキル基を表す。R' は水素原子、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数 1 ~ 15 のアルキル基、アルカリ金属 (リチウム、ナトリウム及びカリウム等)、アルカリ土類金属 (マグネシウム及びカルシウム等) 又はアンモニウムを表す。OA は炭素数 2 ~ 4 のオキシアルキレン基を示し、n が 2 以上の場合、2 以上の OA は同一でも異なってもよく、異なる場合はランダムでもブロックでもまたその混合でもよい。Ar はベンゼン環を表し、M は、水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属又はアンモニウムを表す。n は 1 ~ 50 の整数を表す。

アルキル基としては、メチル、エチル、プロピル、t-ブチル、2-エチルヘキシル、ドデカニル及びペンタデカニル等が挙げられる。

フッ素原子で置換されていてもよいアルキル基としては、メチル、エチル、t-ブチル、2-エチルヘキシル、ペンタデカニル、トリフルオロメチル及びペンタフルオロエチル等が挙げられる。

オキシアルキレン基としては、オキシエチレン、オキシプロピレン及びオキシブチレン等が挙げられる。

【0019】

(i-4) ホスホノ (塩) 基 ( $-\text{PO}(\text{OM})_2$ ) を有するビニルモノマーとしては、(メタ) アクリル酸ヒドロキシアルキル (炭素数 2 ~ 6) のリン酸モノエステル [(メタ) アクリル酸ヒドロキシエチルのモノホスフェート等]、(メタ) アクリル酸ヒドロキシアルキル (炭素数 2 ~ 6) のリン酸ジエステル [フェニル-2-アクリロイロキシエチルホスフェート等] 及び (メタ) アクリル酸アルキル (炭素数 2 ~ 6) ホスホン酸 [2-アクリロイルオキシエチルホスホン酸等] 等が挙げられる。

【0020】

(ii) 非イオン性ビニルモノマー

(ii-1) 水酸基 ( $-\text{OH}$ ) を有するビニルモノマーとしては、炭素数 3 ~ 15 のモノエチレン性不飽和アルコール [(メタ) アリルアルコール及び (メタ) プロベニルアルコール等] ; 及び 2 ~ 6 価のポリオール (炭素数 2 ~ 20 のアルキレングリコール、グリセリン、ソルビタン、ジグリセリン、ペンタエリスリトール、ポリアルキレン (炭素数 2 ~ 4) グリコール (重量平均分子量 100 ~ 2000) 等) のモノエチレン性不飽和カルボン酸エステル又はモノエチレン性不飽和エーテル [ヒドロキシエチル (メタ) アクリレー



ト、ヒドロキシプロピル (メタ) アクリレート、トリエチレングリコール (メタ) アクリレート、ポリ-オキシエチレン-オキシプロピレン (ランダム及び/又はブロック、重量平均分子量 100~2000) モノ (メタ) アリルエーテル (末端の水酸基は炭素数 1~4 のアルキル基 (メチル、エチル及びブチル等) 又は炭素数 2~3 の飽和脂肪酸 (酢酸及びプロピオン酸等) でエーテル化又はエステル化されていてもよい) 等] 等が挙げられる。

#### 【0021】

(i i-2) アミドからなる基 ( $-CONR_2$ ) を有するビニルモノマーとしては、(メタ) アクリルアミド、N-アルキル (炭素数 1~8) (メタ) アクリルアミド [N-メチルアクリルアミド等]、N, N-ジアルキル (炭素数 1~8) アクリルアミド [N, N-ジメチルアクリルアミド、N, N-ジ-n-又は i-プロピルアクリルアミド等]、N-ヒドロキシアルキル (炭素数 1~8) (メタ) アクリルアミド [N-メチロール (メタ) アクリルアミド、N-ヒドロキシエチル (メタ) アクリルアミド等] ; N, N-ジヒドロキシアルキル (炭素数 1~8) (メタ) アクリルアミド [N, N-ジヒドロキシエチル (メタ) アクリルアミド等] が挙げられる。

アミドからなる基を有するビニルモノマーとしては、これらの他に、炭素数 5~10 のビニルラクタム (N-ビニルピロリドン等) 等も使用できる。

#### 【0022】

(i i-3) アミノ基 ( $-NR_2$ ) を有するビニルモノマーとしては、モノエチレン性不飽和モノ-又はジ-カルボン酸のアミノ基含有エステル及びモノエチレン性不飽和モノ-又はジ-カルボン酸のアミノ基含有アミド等が使用できる。

モノエチレン性不飽和モノ-又はジ-カルボン酸のアミノ基含有エステルとしては、ジアルキル (炭素数 1~8) アミノアルキル (炭素数 2~10) (メタ) アクリレート、ジヒドロキシアルキル (炭素数 1~8) アミノアルキル (炭素数 2~10) エステル及びモルホリノアルキル (炭素数 1~8) エステル等が使用でき、ジメチルアミノエチル (メタ) アクリレート、ジエチルアミノ (メタ) アクリレート、モルホリノエチル (メタ) アクリレート、ジメチルアミノエチルマレート及びジメチルアミノエチルマレート等が挙げられる。

モノエチレン性不飽和モノ-又はジ-カルボン酸のアミノ基含有アミドとしては、モノアルキル (炭素数 2~10) (メタ) アクリルアミド等が用いられ、ジメチルアミノエチル (メタ) アクリルアミド及びジエチルアミノエチル (メタ) アクリルアミド等が挙げられる。

アミノ基を有するビニルモノマーとしては、これらの他にビニルピリジン (4-ビニルピリジン及び 2-ビニルピリジン等) も使用できる。

#### 【0023】

(i i i) カチオン性ビニルモノマー

(i i i-1) アンモニオ基 ( $-NH_3^+ \cdot Y^-$ ) を有するビニルモノマーとしては、モノエチレン性不飽和モノ-又はジ-カルボン酸のアンモニオ基含有エステル [アンモニオアルキル (炭素数 2~10) (メタ) アクリレート {アンモニオエチル (メタ) アクリレート・クロライド等} 等] 及びモノエチレン性不飽和モノ-又はジ-カルボン酸のアンモニオ基含有アミド [アンモニオアルキル (炭素数 2~10) (メタ) アクリルアミド {アンモニオエチル (メタ) アクリルアミド・メトサルフェート等} 等] 等が挙げられる。

#### 【0024】

(i i i-2) モノ-又はジ-アルキルアンモニオ基 ( $-NRH_2^+ \cdot Y^-$  又は  $-NR_2H^+ \cdot Y^-$ ) を有するビニルモノマーとしては、モノエチレン性不飽和モノ-又はジ-カルボン酸のアルキルアンモニオ基含有エステル [モノアルキル (炭素数 1~4) アンモニオアルキル (炭素数 2~10) (メタ) アクリレート {メチルアンモニオエチル (メタ) アクリレート・クロライド及び t-ブチルアンモニオエチル (メタ) アクリレート・メトサルフェート等} 及びジアルキル (炭素数 1~4) アンモニオアルキル (炭素数 2~10) (メタ) アクリレート {ジメチルアンモニオエチル (メタ) アクリレート・クロライド及びメチル

t-ブチルアンモニオエチル(メタ)アクリレート・プロマイド等[等]及びモノエチレン性不飽和モノー又はジカルボン酸のアルキルアンモニオ基含有アミド[モノアルキルアンモニオアルキル(炭素数2~10)(メタ)アクリルアミド{メチルアンモニオエチル(メタ)アクリルアミド・クロライド及びブチルアンモニオエチル(メタ)アクリルアミド・クロライド等}及びジアルキルアンモニオアルキル(炭素数2~10)(メタ)アクリルアミド{ジメチルアンモニオエチル(メタ)アクリルアミド・クロライド及びメチルプロピルアンモニオエチル(メタ)アクリルアミド・メトサルフェート等}[等]等が挙げられる。

#### 【0025】

(iii-3) トリアルキルアンモニオ基( $-NR_3 \cdot Y$ )を有するビニルモノマーとしては、前記アミノ基を有するビニルモノマーを炭素数1~8のアルキル化剤(メチルクロライド、ジメチル硫酸、ベンジルクロライド及びジメチルカーボネート等の4級化剤)を用いて4級化したもの{トリメチルアンモニオエチル(メタ)アクリレート・クロライド、メチルジエチルアンモニオエチル(メタ)アクリレート・メトサルフェート、トリメチルアンモニオエチルマレート・クロライド、トリメチルアンモニオエチル(メタ)アクリルアミド・クロライド、ジエチルベンジルアンモニオエチル(メタ)アクリルアミド・クロライド}等が挙げられる。これらの他にN-ビニルピリジニウム塩(N-ビニルピリジニウム・クロライド及びN-メチル-2-ビニルピリジニウム・クロライド等)も使用できる。

#### 【0026】

水溶性ビニルモノマーのHLB値は、10~20が好ましく、さらに好ましくは11.5~20、特に好ましくは、13~20である。

なお、HLB値は、デイビス(Davis)のHLB(藤本武彦著「新・界面活性剤入門」三洋化成工業株式会社1992年8月第3刷発行、132頁;対応英語版Dr. Takehiko Fujimoto, [New Introduction to Surface Active Agents] Copyright 1985, SANYO CHEMICAL INDUSTRIES, LTD 第132頁)によって算出される値である。

#### 【0027】

加水分解により水溶性ビニルモノマー(a1)となるビニルモノマー(a2)としては特に限定はないが、加水分解により水溶性置換基となる加水分解性置換基を少なくとも1個有するビニルモノマー等が使用できる。

加水分解性置換基としては、酸無水物を含む基( $-COO-CO-$ )、エステル結合を含む基( $-COOR$ )及びシアノ基等が挙げられる。

なお、Rは炭素数1~3のアルキル基(メチル、エチル及びプロピル)、ビニル、アリル及びプロペニルである。

#### 【0028】

酸無水物を含む基を有するビニルモノマーとしては、炭素数4~20のジカルボン酸無水物等が用いられ、無水マレイン酸、無水イタコン酸、無水シトラコン酸等が挙げられる。

エステルを含む基を有するビニルモノマーとしては、モノエチレン性不飽和カルボン酸の低級アルキル(炭素数1~3)エステル[(メタ)アクリル酸メチル及び(メタ)アクリル酸エチル等]、モノエチレン性不飽和アルコールのエステル[酢酸ビニル、酢酸(メタ)アリル等]等が挙げられる。

シアノ基を有するビニルモノマーとしては、炭素数3~6のビニル基含有のニトリル化合物等[(メタ)アクリロニトリル及び5-ヘキセンニトリル等]等が挙げられる。

#### 【0029】

加水分解性置換基の加水分解は、重合中、重合後及びこれらの両方のいずれでもよいが、得られる架橋重合体の分子量の観点等から重合後が好ましい。

ビニルモノマー(a1)又は(a2)のいずれかを構成単位とする場合、それぞれ単独で構成単位としてもよく、また、必要により2種以上を構成単位としてもよい。また、(a1)及び(a2)を構成単位とする場合も同様である。

これらのうち、水溶性ビニルモノマー (a1) が好ましく、さらに好ましくはアニオン性ビニルモノマー、特に好ましくはカルボキシル (塩) 基、スルホ (塩) 基、アミノ基、アミドからなる基、アンモニオ基又はモノー、ジー若しくはトリールアルキルアンモニオ基を有するビニルモノマーであり、次に好ましくはカルボキシル (塩) 基又はアミドからなる基を有するビニルモノマー、さらに特に好ましくは (メタ) アクリル酸 (塩) 及び (メタ) アクリルアミド、より特に好ましくは (メタ) アクリル酸 (塩)、最も好ましくはアクリル酸 (塩) である。

#### 【0030】

水溶性ビニルモノマー (a1) 及びビニルモノマー (a2) を構成単位とする場合、これらの含有重量比 (a1/a2) は、75/25~99/1が好ましく、さらに好ましくは85/15~95/5、特に好ましくは90/10~93/7、最も好ましくは91/9~92/8である。

#### 【0031】

架橋重合体 (A) の構成単位として用いられているビニルモノマーとしては、ビニルモノマー (a1) 及び/又は (a2) の他に、これらと共重合可能なその他のビニルモノマー (a3) を構成単位とすることができる。

共重合可能なその他のビニルモノマー (a3) としては、疎水性ビニルモノマー等が使用できるが、これらに限定されるわけではない。

その他のビニルモノマー (a3) としては下記の(i)~(iii)のビニルモノマー等が用いられる。

#### 【0032】

(i) 炭素数8~30の芳香族エチレン性モノマー；

スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、ビニルトルエン及びヒドロキシスチレン等のスチレン、並びにビニルナフタレン及びジクロルスチレン等のスチレンのハロゲン置換体等。

(ii) 炭素数2~20の脂肪族エチレンモノマー；

アルケン [エチレン、プロピレン、ブテン、イソブチレン、ペンテン、ヘプテン、ジオソブチレン、オクテン、ドデセン及びオクタデセン等]；並びにアルカジエン [ブタジエン及びイソブレン等] 等。

(iii) 炭素数5~15の脂環式エチレンモノマー；

モノエチレン性不飽和モノマー [ピネン、リモネン及びインデン等]；並びにポリエチレン性ビニル重合性モノマー [シクロペンタジエン、ビシクロペンタジエン及びエチリデンノルボルネン等] 等。

#### 【0033】

共重合可能なその他のビニルモノマー (a3) を構成単位とする場合、(a3) の含有量 (重量%) は、ビニルモノマー (a1) 及び (a2) の合計重量に基づいて、0.01~5が好ましく、さらに好ましくは0.05~3、特に好ましくは0.08~2、最も好ましくは0.1~1.5である。すなわち、この場合、(a3) の含有量 (重量%) の上限は5が好ましく、さらに好ましくは3、特に好ましくは2、最も好ましくは1.5であり、同様に下限は0.01が好ましく、さらに好ましくは0.05、特に好ましくは0.08、最も好ましくは0.1である。

#### 【0034】

内部架橋剤 (b) としては、エチレン性不飽和基を2個以上有する内部架橋剤 (b1)、水溶性ビニルモノマー (a1) の水溶性置換基及び/又はビニルモノマー (a2) の加水分解によって生成する水溶性置換基と反応し得る官能基を少なくとも1個有し且つ少なくとも1個のエチレン性不飽和基とを有する内部架橋剤 (b2)、並びに水溶性ビニルモノマー (a1) の水溶性置換基及び/又はビニルモノマー (a2) の加水分解によって生成する水溶性置換基と反応し得る官能基を少なくとも2個以上有する内部架橋剤 (b3) 等が使用できる。

#### 【0035】

(i) エチレン性不飽和基を2個以上有する内部架橋剤 (b1) としては、炭素数8~

12のビス(メタ)アクリルアミド、炭素数2~10のポリオールのポリ(メタ)アクリレート、炭素数2~10のポリアリルアミン及び炭素数2~10のポリオールのポリ(メタ)アリルエーテル等が用いられ、N, N'-メチレンビス(メタ)アクリルアミド、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリ(重合度2~5)エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、グリセリン(ジ又はトリ)アクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ジアリルアミン、トリアリルアミン、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、テトラアリロキシエタン、ペンタエリスリトールジアリルエーテル、ペンタエリスリトールトリアリルエーテル、ペンタエリスリトールテトラアリルエーテル及びジグリセリンジ(メタ)アクリレート等が挙げられる。

#### 【0036】

(i i) 水溶性ビニルモノマー(a1)の水溶性置換基及び/又はビニルモノマー(a2)の加水分解によって生成する水溶性置換基と反応し得る官能基を少なくとも1個有し且つ少なくとも1個のエチレン性不飽和基とを有する内部架橋剤(b2)としては、炭素数6~8のエポキシ基を有するエチレン性不飽和化合物、炭素数4~8の水酸基を有するエチレン性不飽和化合物及び炭素数4~8のイソシアナト基を有するエチレン性不飽和化合物等が用いられ、グリシジル(メタ)アクリレート、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート及びイソシアナトエチル(メタ)アクリレート等が挙げられる。

#### 【0037】

(i i i) 水溶性ビニルモノマー(a1)の水溶性置換基及び/又はビニルモノマー(a2)の加水分解によって生成する水溶性置換基と反応し得る官能基を少なくとも2個以上有する内部架橋剤(b3)としては、特開昭58-180233号公報及び特開昭59-189103号公報(対応USP4666983号公報)に記載の多価アルコール、多価グリシジル、多価アミン、多価アジリジン及び多価イソシアネート等が使用できる。多価グリシジル化合物としては、エチレングリコールジグリシジルエーテル及びグリセリンジグリシジルエーテル等が挙げられる。多価アミン化合物としては、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン及びポリエチレンイミン等が挙げられる。多価アジリジン化合物としては、商品名:ケミタイトPZ-33 {2, 2-ビスヒドロキシメチルブタノールトリス(3-(1-アジリジニル)プロピネート)}、商品名:ケミタイトHZ-22 {1, 6-ヘキサメチレンジエチレンウレア} 及び商品名:ケミタイトDZ-22 {ジフェニルメタン-ビス-4, 4'-N, N'-ジエチレンウレア} (これらは日本触媒化学工業社製の商品名である)等が挙げられる。多価イソシアネート化合物としては、2, 4-トリレンジイソシアネート及びヘキサメチレンジイソシアネート等が挙げられる。

これらの内部架橋剤は単独で使用してもよく、または2種以上を併用してもよい。

#### 【0038】

内部架橋剤(b)のうち、吸収性能(特に吸収量及び吸収速度等)等の観点から、エチレン性不飽和基を2個以上有する内部架橋剤(b1)が好ましく、さらに好ましくは炭素数2~10のポリオールのポリ(メタ)アリルエーテル、特に好ましくはトリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、テトラアリロキシエタン及びペンタエリスリトールトリアリルエーテル、最も好ましくはペンタエリスリトールトリアリルエーテルである。

#### 【0039】

内部架橋剤(b)の含有量(重量%)は、ビニルモノマー(a1)及び/又は(a2)並びに必要により使用するその他のビニルモノマー(a3)の合計重量に基づいて、0.001~5が好ましく、さらに好ましくは0.002~2、特に好ましくは0.003~1.6である。すなわち、(b)の含有量(重量%)の上限は、(a1)及び/又は(a2)並びに必要により使用する(a3)の合計重量に基づいて、5が好ましく、さらに好ましくは2、特に好ましくは1.6であり、同様に下限は0.001が好ましく、さらに

好ましくは0.002、特に好ましくは0.003である。この範囲であると、吸収性能（特に吸収量及び吸収速度等）がさらに良好となりやすい。

#### 【0040】

架橋重合体（A）には、さらに後述する、防腐剤、防かび剤、抗菌剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、着色剤、芳香剤、消臭剤及び有機質繊維状物等の添加剤を含有させることができる。

これらの添加剤を含有させる場合、添加剤の含有量（重量%）は、架橋重合体（A）の重量に基づいて、0.001～10が好ましく、さらに好ましくは0.01～5、特に好ましくは0.05～1、最も好ましくは0.1～0.5である。

#### 【0041】

架橋重合体（A）の重合形態としては、従来から知られている方法等が使用でき、溶液重合法、乳化重合法、懸濁重合法、逆相懸濁重合法が適応できる。また、重合時の重合液の形状として、薄膜状及び噴霧状等であってもよい。

重合制御の方法としては、断熱重合法、温度制御重合法及び等温重合法等が適用できる。

重合方法として懸濁重合法又は逆相懸濁重合法を適用する場合、必要に応じて、従来公知の分散剤、保護コロイド及び界面活性剤等（例えば「水溶性高分子の最新技術」CMC出版2000年5月発行または「界面活性剤の応用技術」CMC出版2002年12月発行に記載の分散剤、保護コロイド及び界面活性剤）を使用できる。また、逆相懸濁重合法の場合、従来から公知のシクロヘキサン、ノルマルヘキサン、ノルマルヘプタン、トルエン及びキシレン等の溶媒を使用して重合を行うことができる。

重合方法のうち、好ましくは溶液重合法であり、有機溶媒等を使用する必要がなく生産コスト面で有利なことから、特に好ましくは水溶液重合法である。

#### 【0042】

架橋重合体（A）の重合には重合開始剤を使用することができる。重合開始剤としては特に限定はなく従来公知のものが使用でき、（i）アゾ系開始剤、（ii）過酸化物系開始剤、（iii）レドックス系開始剤及び（iv）有機ハロゲン化合物開始剤等が使用できる。

（i）アゾ系開始剤としては、アゾビスイソブチロニトリル、アゾビスシアノ吉草酸及びその塩、2, 2'-アゾビス（2-アミジノプロパン）ハイドロクロライド並びに2, 2'-アゾビス（2-メチル-N-（2-ヒドロキシエチル）プロピオンアミド等が挙げられる。

（ii）過酸化物系開始剤としては、無機過酸化物〔過酸化水素、過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム及び過硫酸ナトリウム等〕、有機過酸化物〔過酸化ベンゾイル、ジ-tert-ブチルパーオキシド、クメンヒドロパーオキシド、コハク酸パーオキシド及びジ（2-エトキシエチル）パーオキシジカーボネート等〕等が挙げられる。

#### 【0043】

（iii）レドックス系開始剤としては、アルカリ金属の亜硫酸塩若しくは重亜硫酸塩、亜硫酸アンモニウム、重亜硫酸アンモニウム、塩化第2鉄、硫酸第2鉄及び／又はアスコルビン酸等の還元剤と、アルカリ金属の過硫酸塩、過硫酸アンモニウム、過酸化水素及び／又は有機過酸化物等の酸化剤との組合せよりなるもの等が挙げられる。

（iv）有機ハロゲン化合物開始剤としては、ハロゲン化アルキル、ハロゲン化アルキルフェニルケトン、ハロゲン化アルキルカルボン酸及びハロゲン化アルキルカルボン酸アルキルエステルからなる群から選ばれるハロゲン数1～10、炭素数1～15の有機ハロゲン化合物等が用いられ、テトラクロロメタン、トリクロロプロモメタン、トリクロロヨードメタン、ジクロロメチルフェニルケトン、1-ブロモ-1-メチルエチルカルボン酸及びアルキル基の炭素数1～8の1-ブロモ-1-メチルエチルカルボン酸アルキルエステル（1-ブロモ-1-メチルエチルカルボン酸メチル、1-ブロモ-1-メチルエチルカルボン酸エチル、1-ブロモ-1-メチルエチルカルボン酸オクチル及び1-ブロモ-1-メチルエチルカルボン酸ラウリル）等が挙げられる。

#### 【0044】

これらのうち、(i) アゾ系開始剤、(ii) 過酸化物開始剤及び(iii) レドックス系開始剤が好ましく、さらに好ましくは(i) アゾ系開始剤及び(ii) 過酸化物開始剤と(iii) レドックス系開始剤との併用することである。

#### 【0045】

重合開始剤を使用する場合、重合開始剤の使用量(重量%)は、ビニルモノマー(a1)及び/又は(a2)、必要により使用するその他のビニルモノマー(a3)並びに内部架橋剤(b)の合計重量に基づいて、0.005~0.5が好ましく、さらに好ましくは0.007~0.4、特に好ましくは0.009~0.3である。すなわち、この場合、重合開始剤の使用量(重量%)の上限は、(a1)及び/又は(a2)、(a3)並びに(b)の合計重量に基づいて、0.5が好ましく、さらに好ましくは0.4、特に好ましくは0.3であり、同様に下限は0.005が好ましく、さらに好ましくは0.007、特に好ましくは0.009である。

#### 【0046】

なお、架橋重合体(A)の重合の際、後述する疎水性物質(C)又は材料(D)をビニルモノマー(a1)及び/又は(a2)、(a3)並びに(b)に、あるいは溶媒に溶解又は分散させて重合させてもよい。

#### 【0047】

重合によって得られる含水ゲル{架橋重合体(A)と水とを含む}は、必要に応じて破碎することができる。破碎後の含水ゲルの大きさは50 $\mu$ m~10cmが好ましく、さらに好ましくは100 $\mu$ m~2cm、特に好ましくは1mm~1cmである。この範囲であると、乾燥工程での乾燥性がさらに良好となる。

破碎は、公知の方法で行うことができ、例えば、ベックスミル、ラバーチョップ、ファーマミル、ミンチ機、衝撃式粉碎機及びローラ式粉碎機等の通常の装置をが使用して破碎できる。

#### 【0048】

架橋重合体(A)の重合に溶媒(水を含む)を使用する場合、重合後に溶媒を留去することができる。

溶媒に有機溶媒を含む場合、留去後の有機溶媒の含有量(重量%)は、架橋重合体(A)の重量に基づいて、10~0.01が好ましく、さらに好ましくは5~0.05、特に好ましくは3~0.1、最も好ましくは1~0.5である。この範囲であると、吸収性樹脂粒子の吸収性能(特に保水量)がさらに良好となる。

また、溶媒に水を含む場合、留去後の水分(重量%)は、架橋重合体(A)の重量に基づいて、0~20が好ましく、さらに好ましくは0~10、特に好ましくは0~5、最も好ましくは0~2である。この範囲であると、吸収性能(特に保水量)及び乾燥後のハンドリング性(架橋重合体粒子の粉体流動性等)がさらに良好となる。

なお、有機溶媒の含有量及び水分は、赤外水分測定器((株)KET T社製JE400等:120 $\pm$ 5 $^{\circ}$ C、30分、加熱前の雰囲気湿度50 $\pm$ 10%RH、ランプ仕様100V、40W)により加熱したときの加熱前後の架橋重合体(A)の重量減量から求められる。

留去する方法は、80~230 $^{\circ}$ Cの温度の熱風で留去(乾燥)する方法、100~230 $^{\circ}$ Cに加熱されたドラムドライヤー等による薄膜乾燥法、(加熱)減圧乾燥法、凍結乾燥法、赤外線による乾燥法、デカンテーション及び濾過等の通常の方法でよい。

#### 【0049】

さらに架橋重合体(A)は、乾燥後に粉碎することができる。

粉碎する場合、粉碎後の架橋重合体の重量平均粒径( $\mu$ m)は、100~800が好ましく、さらに好ましくは200~500、特に好ましくは300~400である。すなわち、重量平均粒径( $\mu$ m)の上限は、800が好ましく、さらに好ましくは500、特に好ましくは400であり、同様に下限は100が好ましく、さらに好ましくは200、特に好ましくは300である。この範囲であると、粉碎後のハンドリング性(架橋重合体粒子の粉体流動性等)がさらに良好となる。

## 【0050】

重量平均粒径は、架橋重合体の各粒度分布を、横軸が粒径、縦軸が重量基準の含有量として、対数確率紙にプロットし、全体の重量の50重量%を占める粒径を求める方法による。

粒度分布は、内径150mm、深さ45mmの710 $\mu$ m、500 $\mu$ m、300 $\mu$ m、150 $\mu$ m及び106 $\mu$ mの目開きのふるいを、目開きの狭いふるいを下にして重ね、一番上の最も目開きの広い710 $\mu$ mのふるいの上に、測定試料50gを入れ、ふるい振動機にて10分間ふるい、各ふるいの上に残った測定試料の重量を測定し、最初の測定試料の重量に基づく各ふるいの上に残った測定試料の重量%を求めることによって測定される。

## 【0051】

微粒子の含有量は少ない方が吸収性能がよく、全粒子に占める106 $\mu$ m以下の微粒子の含有量が3重量%以下が好ましく、さらに好ましくは全粒子に占める150 $\mu$ m以下の微粒子の含有量が3重量%以下である。

微粒子の含有量は、上記の重量平均粒径を求める際に作成するプロットを用いて求めることができる。

## 【0052】

粉碎方法については、特に限定はなく、ハンマー式粉碎機、衝撃式粉碎機、ロール式粉碎機及びジェット気流式粉碎機等の通常の装置が使用できる。

得られ粉碎物は、必要により篩別して粒度調整される。

架橋重合体粒子の形状については特に限定はなく、不定形破碎状、リン片状、パール状及び米粒状等が挙げられる。これらのうち、紙おむつ用途等での繊維状物とのからみが良く、繊維状物からの脱落の心配がないという観点から、不定形破碎状が好ましい。

## 【0053】

次に、第1発明について説明する。

本発明の吸収性樹脂粒子の拡散下吸収量(m1)は、40~70が好ましく、さらに好ましくは45~65、特に好ましくは50~60である。すなわち、本発明の吸収性樹脂粒子の拡散下吸収量(m1)の下限は、40が好ましく、さらに好ましくは45、特に好ましくは50であり、同様に上限は70が好ましく、さらに好ましくは65、特に好ましくは60である。この範囲であると、本発明の吸収性樹脂粒子を吸収性物品に適用したときさらに優れた耐モレ性を発揮する。

## 【0054】

拡散下吸収量の測定に用いる装置は、濾過円筒容器(2)、投入管付円盤(5)及びリング状重り(6)からなる(図1及び2参照)。さらに、生理食塩水を一定速度で注ぐための注射器、ピーカー又は定量ポンプ等が必要であり、精度の観点から定量ポンプが好ましい。

濾過円筒容器(2)を構成する円筒は、内径60mm、長さ50mmであれば材質等に制限はないけれど、内部の観察の観点から透明な材質(塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリプロピレン及びポリエチレン等)が好ましい。この円筒の底部は目開き150 $\mu$ mの金網(m1)で塞がれており、生理食塩水は通過できるが測定試料(3)は通過できない構造となっている。なお、金網はJIS Z8801-1:2000に準拠したものである。

投入管付円盤(5)を構成する円盤は、直径59mm、厚み4mm、重量29gの大きさであり、内部の観察の観点から透明な材質が好ましい。この円盤の中心部には、内径4mm、長さ50mmの投入管(4)が円盤上面に対して垂直に配されており、また、投入管(4)の内孔が円盤底面へ貫通していて、投入管(4)に注いだ生理食塩水が円盤(5)の下側の測定試料に注ぎ込まれるようになっている。投入管付円盤(5)は、濾過円筒容器(2)内に挿入することにより、円盤底面と金網(1)の上面との間に測定試料(3)を保持することができる。

リング状重り(6)は、外径50mm、内孔径16mm、重量150gの大きさであり、



リング状（ドーナツ状）の内孔に投入管付円盤（5）の投入管（4）が貫通し円盤上面に荷重がかかるようになっている。リング状重り（6）の材質は、スペースの観点から、金属製（鉄鋼、銅、ステンレス及び鉛等）が好ましい。

注射器及びピーカーは、化学実験に使用される通常の器具等が使用でき、定量ポンプは、ギャーポンプ、チューブポンプ及び注射器ポンプ等が使用できる。

#### 【0055】

測定は、まず濾過円筒容器（2）を管軸方向が垂直になるように固定した後、金網（1）上に、測定試料（3）1.25gを均一な厚み（分布）になるように投入し、測定試料（3）のうえに、投入管付円盤（5）を、円盤底面が測定試料（3）に接するようにしてのせる。さらに、円盤（5）の円盤上面にリング状重り（6）をのせる。

#### 【0056】

次いで、投入管（4）へ生理食塩水を10ml/分の速度で連続的に注ぐ。この時、投入管（4）内に注がれた生理食塩水には大気圧及び生理食塩水の水柱圧以外の圧力は掛からないようにする。定量ポンプや注射器を使用する場合、投入管（4）への注入ノズルの外径は、定量ポンプの吐出圧力等が掛からないようにするため約3mm以下が好ましい。

#### 【0057】

そして、生理食塩水を注ぎ始めてから金網（1）から漏出し始めるまでの時間（T）を測定し、式（1）から拡散下吸収量を算出する。なお、生理食塩水が投入管（4）に滞留して金網（1）から漏出する前に、投入管（4）の上端から5mmのラインに達した場合、この達した時点で測定を中止し測定不能である旨を記録する。

また、使用する生理食塩水及び測定雰囲気温度は $25 \pm 2^\circ\text{C}$ で行う。

#### 【0058】

##### 【数3】

$$\text{拡散下吸収量 (ml)} = 10 \text{ (ml/分)} \times T \text{ (分)} \quad (1)$$

#### 【0059】

このような拡散下吸収量をもつ吸収性樹脂粒子としては、第2～4発明の吸収性樹脂粒子が含まれる。そこで、次に第2発明について説明する。

第2発明は、架橋重合体粒子（A）を含有してなり、式（2）及び（3）を満たしてなることを特徴とする吸収性樹脂粒子である。

##### 【数4】

$$30 \leq (X) \leq 70 \quad (2)$$

$$(Z) \leq 0.0071(Y) + 2.7 \quad (3)$$

#### 【0060】

保水量（X）は、生理食塩水に1時間浸漬後の吸収性樹脂粒子の保水量（g/g）であり、下記方法にて測定される。

<保水量（X）の測定法>

250メッシュのナイロン網で作成したティーバッグ（縦20cm、横10cm）に測定試料1.00gを入れ、生理食塩水（食塩濃度0.9重量%）1,000cc中に無攪拌下、1時間浸漬した後、15分間吊るして水切りする。その後、ティーバッグごと、遠心分離器にいれ、150Gで90秒間遠心脱水して余剰の生理食塩水を取り除き、ティーバッグを含めた重量（h1）を測定し次式から保水量（X）を求める。なお、使用する生理食塩水及び測定雰囲気温度は $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ である。

##### 【数5】

$$(X) = \{ (h1) - (h2) - 1.00 \} / 1.00$$

（h2）は、測定試料の無い場合について上記と同様の操作により計測したティーバッグの重量である。

保水量（X）は、式（2）に代えて式（8）を満たすことが好ましく、さらに好ましくは



式(9)を満たすこと、特に好ましくは式(10)を満たすこと、最も好ましくは式(11)を満たすことである。これらの式を満たすと、どのような状態においてもさらに高い吸収性能を発揮し、モレが生じにくい吸収性物品を製造しやすくなる。

#### 【数6】

$$\begin{array}{ll} 10 \leq (X) \leq 65 & (8) \\ 22 \leq (X) \leq 60 & (9) \\ 25 \leq (X) \leq 55 & (10) \\ 30 \leq (X) \leq 50 & (11) \end{array}$$

#### 【0061】

通液速度(Y)は、吸収性樹脂粒子を生理食塩水に浸漬1時間後の21.4Paの荷重下における生理食塩水の通液速度(ml/分)であり、下記方法にて測定される。

##### <通液速度(Y)の測定法>

測定試料0.32gを50ml生理食塩水に1時間浸漬して含水ゲル粒子を調整する。

一方、コック及び容量目盛が付いたフィルター(目開き:10~15 $\mu$ m)閉じ込み型クロマトグラフ管(直径(内径):25.4mm、長さ:35cm)のコック(内径:5mm、長さ:10cm)閉じて、このコックを下側にしてクロマトグラフ管を垂直に固定しておく。

次に、上記の含水ゲル粒子を生理食塩水と共にクロマトグラフ管に移し、片端に目開き150 $\mu$ m(JIS Z8801-1:2000)の円形金網(直径25mm)が垂直について加圧軸(重量:15.5g、長さ:31.5cm)を金網が含水ゲル粒子側になるように入れ、さらにおもり(91.5g)を乗せ1分間静置する。

クロマトグラフ管下部のコックを開き、管内の液面が60mlから40mlになるのに要する時間(T1;秒)を計測し、次式より通液速度(Y、ml/分)を求める。なお、使用する生理食塩水及び測定雰囲気(温度)は25 $\pm$ 2 $^{\circ}$ Cで行う。

#### 【数7】

$$(Y) = 20 (ml) \times 60 / (T1 - T2)$$

(T2)は、測定試料の無い場合について上記と同様の操作により計測した時間である。すなわち、コック及び容量目盛が付いたフィルター閉じ込み型クロマトグラフ管に生理食塩水50mlを入れ、管内の液量が60mlから40mlになるのに要する時間(T2;秒)である。

#### 【0062】

吸収時間(Z)は、生理食塩水での飽和膨潤度の70体積%に到達するまでの吸収時間(分)であり、下記方法にて測定される。

##### <吸収時間(Z)の測定法>

測定試料1.0gを100mlメスシリンダーに投入した後、生理食塩水100mlを一気に投入すると共に、膨潤する測定試料の占める体積を1分毎に読みとり(膨潤する測定試料の最上端に対応するメスシリンダーの目盛りをその体積とする。)、5分間の測定値の変化が、 $\pm 0$ になるまで行う(測定試料は生理食塩水を吸収して徐々に膨潤してその占める体積が増大し、一定時間後飽和膨潤状態に達する。)。そして、横軸に時間、縦軸に膨潤する測定試料の体積とした体積-時間グラフを作成し、5分間の測定値の変化が $\pm 0$ となったときの体積(飽和膨潤度)を100体積%として、この飽和膨潤度に対して70体積%に対応する時間を吸収時間(Z)とする。

なお、使用する生理食塩水及び測定雰囲気(温度)は25 $\pm$ 2 $^{\circ}$ Cで行う。

#### 【0063】

式(3)に代えて式(12)を満たすことが好ましく、さらに好ましくは式(13)を満たすこと、特に好ましくは式(14)を満たすこと、最も好ましくは式(15)を満たすことである。これらの式を満たすと、どのような状態においてもさらに高い吸収性能を発揮し、モレの生じにくい吸収性物品を製造しやすくなる。

## 【数8】

$$\begin{array}{ll}
 (\%) \leq -0.0071(Y) + 2.8 & (12) \\
 (\%) \leq -0.0071(Y) + 2.5 & (13) \\
 (\%) \leq -0.0071(Y) + 2.3 & (14) \\
 (\%) \leq -0.0071(Y) + 2.0 & (15)
 \end{array}$$

さらに、式(3)において、式(16)を満たすことが好ましく、さらに好ましくは式(17)を満たすこと、特に好ましくは式(18)を満たすこと、最も好ましくは式(19)を満たすことである。これらの式を満たすと、どのような状態においてもさらに高い吸収性を発揮し、モレの生じにくい吸収性物品を製造しやすくなる。

## 【0064】

## 【数9】

$$\begin{array}{ll}
 1 \leq (Y) \leq 80 & (16) \\
 5 \leq (Y) \leq 60 & (17) \\
 10 \leq (Y) \leq 50 & (18) \\
 15 \leq (Y) \leq 40 & (19)
 \end{array}$$

## 【0065】

次に第3発明について説明する。

第3発明は、吸収性樹脂粒子の内部に疎水性物質(C)からなる連結部(RC)を含んでなる構造を有することを特徴とする吸収性樹脂粒子である。

## 【0066】

疎水性物質(C)としては、炭化水素基を含有する疎水性物質(C1)、フッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質(C2)及びポリシロキサン構造をもつ疎水性物質(C3)等が使用できる。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、ポリシロキサン構造をもつ疎水性物質(C3)が好ましい。

## 【0067】

炭化水素基を含有する疎水性物質(C1)としては、ポリオレフィン樹脂、ポリオレフィン樹脂誘導体、ポリスチレン樹脂、ポリスチレン樹脂誘導体、ワックス、長鎖脂肪酸エステル樹脂、長鎖脂肪酸及びこれらの2種以上の混合物等が含まれる。

## 【0068】

ポリオレフィン樹脂としては、エチレン、プロピレン、イソブチレン又はイソプレン等の炭素数2～4のオレフィンを必須構成単量体(オレフィンの含有量はポリオレフィン樹脂の重量に基づいて、少なくとも50重量%)としてなる重量平均分子量1000～1000000の重合体等が使用でき、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリイソブチレン、ポリ(エチレン-イソブチレン)及びイソプレン等が挙げられる。

## 【0069】

ポリオレフィン樹脂誘導体としては、ポリオレフィン樹脂にカルボキシル基(-COOH)や1,3-オキソ-2-オキサプロピレン(-COOCO-)等を導入した重量平均分子量1000～1000000の重合体等が使用でき、ポリエチレン熱減成体、ポリプロピレン熱減成体、マレイン酸変性ポリエチレン、塩素化ポリエチレン、マレイン酸変性ポリプロピレン、エチレン-アクリル酸共重合体、エチレン-無水マレイン酸共重合体、イソブチレン-無水マレイン酸共重合体、マレイン化ポリブタジエン、エチレン-酢酸ビニル共重合体及びエチレン-酢酸ビニル共重合体のマレイン化物等が挙げられる。

## 【0070】

ポリスチレンとしては、重量平均分子量1000～1000000の重合体等が使用できる。

## 【0071】

ポリスチレン樹脂誘導体としては、スチレンを必須構成単量体(スチレンの含有量は、ポリスチレン誘導体の重量に基づいて、少なくとも50重量%)としてなる重量平均分子量

1000~1000000の重合体等が使用でき、スチレン-無水マレイン酸共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-イソブチレン共重合体等が挙げられる。

【0072】

ワックスとしては、融点50~200℃のワックス等が使用でき、パラフィンワックス、ミツロウ、カルバナワックス及び牛脂等が挙げられる。

【0073】

長鎖脂肪酸エステルとしては、炭素数8~25の脂肪酸と炭素数1~5のアルコールとのエステル等が使用でき、ラウリン酸メチル、ラウリン酸エチル、ステアリン酸メチル、ステアリン酸エチル、オレイン酸メチル、オレイン酸エチル、グリセリンラウリン酸モノエステル、グリセリンステアリン酸モノエステル、グリセリンオレイン酸モノエステル、ペンタエリスリットラウリン酸モノエステル、ペンタエリスリットステアリン酸モノエステル、ペンタエリスリットオレイン酸モノエステル、ソルビットラウリン酸モノエステル、ソルビットステアリン酸モノエステル、ソルビットオレイン酸モノエステル及び牛脂等が挙げられる。

【0074】

長鎖脂肪酸としては、炭素数8~25の脂肪酸等が使用でき、ラウリン酸、ラウリン酸、ステアリン酸、オレイン酸、ダイマー酸及びベヘニン酸等が挙げられる。

【0075】

これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、ポリオレフィン樹脂、ワックス及び長鎖脂肪酸エステルが好ましく、さらに好ましくはポリオレフィン樹脂及びワックス、特に好ましくはワックス、最も好ましくはパラフィンワックスである。

【0076】

フッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質(C2)としては、パーフルオロアルカン、パーフルオロアルケン、パーフルオロアリール、パーフルオロアルキルエーテル、パーフルオロアルキルカルボン酸、パーフルオロアルキルアルコール及びこれらの2種以上の混合物等が含まれる。

【0077】

パーフルオロアルカンとしては、フッ素原子数4~42、炭素数1~20のアルカン等が使用でき、トリフルオロメタン、ペンタフルオロエタン、ペンタフルオロプロパン、ヘプタフルオロプロパン、ヘプタフルオロブタン、ノナフルフルオロヘキサン、トリデカフルオロオクタン及びヘプタデカフルオロドデカン等が挙げられる。

【0078】

パーフルオロアルケンとしては、フッ素原子数4~42、炭素数2~20のアルケン等が使用でき、トリフルオロエチレン、ペンタフルオロプロペン、トリフルオロプロペン、ヘプタフルオロブテン、ノナフルフルオロヘキセン、トリデカフルオロオクテン及びヘプタデカフルオロドデセン等が挙げられる。

【0079】

パーフルオロアリールとしては、フッ素原子数4~42、炭素数6~20のアリール等が使用でき、トリフルオロベンゼン、ペンタフルオロトルエン、トリフルオロナフタレン、ヘプタフルオロベンゼン、ノナフルフルオロキシレン、トリデカフルオロオクチルベンゼン及びヘプタデカフルオロドデシルベンゼン等が挙げられる。

【0080】

パーフルオロアルキルエーテル化合物としては、フッ素原子数2~82、炭素数2~40のエーテル等が使用でき、ジトリフルオロメチルエーテル、ジペンタフルオロエチルエーテル、ジペンタフルオロプロピルエーテル、ジヘプタフルオロプロピルエーテル、ジヘプタフルオロブチルエーテル、ジノナフルフルオロヘキシルエーテル、ジトリデカフルオロオクチルエーテル及びジヘプタデカフルオロドデシルエーテルが挙げられる。

【0081】

パーフルオロアルキルカルボン酸としては、フッ素原子数3~41、炭素数1~21のカルボン酸等が使用でき、ペンタフルオロエタン酸、ペンタフルオロプロパン酸、ヘプタ

フルオロプロパン酸、ヘプタフルオロブタン酸、ノナフルフルオロヘキサン酸、トリデカフルオロオクタン酸、ヘプタデカフルオロドデカン酸及びこれらの金属（アルカリ金属及びアルカリ土類金属等）塩等々が挙げられる。

#### 【0082】

パーフルオロアルキルアルコールとしては、フッ素原子数3～41、炭素数1～20のアルコール等が使用でき、ペンタフルオロエタノール、ペンタフルオロプロパノール、ヘプタフルオロプロパノール、ヘプタフルオロブタノール、ノナフルフルオロヘキサノール、トリデカフルオロオクタノール及びヘプタデカフルオロドデカノール等が挙げられ、これらの他に、これらのエチレンオキサイド（1～20個）付加体等が挙げられる。

これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、パーフルオロアルキルエーテル、パーフルオロアルキルカルボン酸及びパーフルオロアルキルアルコールが好ましく、さらに好ましくはパーフルオロアルキルエーテル及びパーフルオロアルキルカルボン酸、特に好ましくはパーフルオロアルキルカルボン酸、最も好ましくはペンタフルオロプロパン酸である。

#### 【0083】

ポリシロキサン構造をもつ疎水性物質（C3）としては、シリコン及び変性シリコン等が使用でき、ポリジメチルシロキサン、ポリエーテル変性ポリシロキサン〔ポリオキシエチレン変性ポリシロキサン及びポリ（オキシエチレン・オキシプロピレン）変性ポリシロキサン等〕、カルボキシル変性ポリシロキサン、エポキシ変性ポリシロキサン、アミノ変性ポリシロキサン、アルコキシ変性ポリシロキサン等及びこれらの混合物等が含まれる。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、変性シリコンが好ましく、さらに好ましくはポリエーテル変性ポリシロキサン、アミノ変性ポリシロキサン及びカルボキシル変性ポリシロキサン、特に好ましくはポリエーテル変性ポリシロキサン及びアミノ変性ポリシロキサン、最も好ましくはアミノ変性ポリシロキサンである。

#### 【0084】

変性シリコンを使用する場合、有機基（変性基）を導入する位置としては、特に限定はしないが、ポリシロキサンの側鎖、ポリシロキサンの両末端、ポリシロキサンの片末端、ポリシロキサンの側鎖と両末端との両方のいずれでもよい。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、ポリシロキサンの側鎖及びポリシロキサンの側鎖と両末端との両方が好ましく、さらに好ましくはポリシロキサンの側鎖と両末端との両方である。

#### 【0085】

ポリエーテル変性ポリシロキサンの有機基（変性基）としては、ポリオキシエチレン基、ポリ（オキシエチレン・オキシプロピレン）基を含有する基等が含まれる。ポリエーテル変性ポリシロキサンに含まれるオキシエチレン基及び／又はオキシプロピレン基の含有量（個）は、ポリエーテル変性ポリシロキサン1分子あたり、2～40が好ましく、さらに好ましくは5～30、特に好ましくは7～20、最も好ましくは10～15である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性等がさらに良好となる。また、オキシエチレン基及びオキシプロピレン基を含む場合、オキシエチレン基の含有量（重量%）は、ポリシロキサンの重量に基づいて、1～30が好ましく、さらに好ましくは3～25、特に好ましくは5～20である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性等がさらに良好となる。

#### 【0086】

カルボキシル変性ポリシロキサンの有機基（変性基）としてはカルボキシ基を含有する基等が含まれ、エポキシ変性ポリシロキサンの有機基（変性基）としてはエポキシ基を含有する基等が含まれ、アミノ変性ポリシロキサンの有機基（変性基）としてはアミノ基（1、2、3級アミノ基）を含有する基等が含まれる。

これらの変性シリコンの有機基（変性基）の含有量（KOHmg/g）は、カルボキシ当量、エポキシ当量又はアミノ当量として、400～10000が好ましく、さらに好ましくは600～5000、特に好ましくは800～3000、最も好ましくは1000～1500である。すなわち、これらの変性シリコンの有機基の含有量（KOHmg/g）の下限は、カルボキシ当量、エポキシ当量又はアミノ当量として、400が好ましく

、さらに好ましくは600、特に好ましくは800、最も好ましくは1000、同様に上限としては10000が好ましく、さらに好ましくは5000、特に好ましくは3000、最も好ましくは1500である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

#### 【0087】

アルコキシ変性ポリシロキサンの有機基(変性基)としては、メトキシ基、エトキシ、ブトキシ、オクチルオキシ、ウンデシルオキシ、ヘキサデシルオキシ及びオクタデシルオキシ等のアルコキシ基等が含まれる。アルコキシ基の炭素数としては、1~40が好ましく、さらに好ましくは5~30、特に好ましくは10~20、最も好ましくは12~18である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

#### 【0088】

疎水性物質(C)の25℃における粘度(mPa・s)は、10~2,000が好ましく、さらに好ましくは15~1,500、特に好ましくは20~1000である。すなわち、疎水性物質(C)の25℃における粘度(mPa・s)の下限は、10が好ましく、さらに好ましくは15、特に好ましくは20であり、同様に上限は、2,000が好ましく、さらに好ましくは1,500、特に好ましくは1000である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

#### 【0089】

疎水性物質(C)のHLB値は、1~10が好ましく、さらに好ましくは2~8、特に好ましくは3~6である。すなわち、(C)のHLB値の下限は、1が好ましく、さらに好ましくは2、特に好ましくは3であり、同様に上限は、10が好ましく、さらに好ましくは8、特に好ましくは6である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

なお、HLB値は、親水性-疎水性バランス(HLB)値を意味し、小田法(新・界面活性剤入門、197頁、藤本武彦、三洋化成工業株式会社発行、1981年発行)により求められる。

#### 【0090】

疎水性物質(C)の含有量(重量%)は、架橋重合体(A)の重量に基づいて、0.001~3が好ましく、さらに好ましくは0.005~2、特に好ましくは0.07~1.5、最も好ましくは0.1~1である。すなわち、(C)の含有量(重量%)の下限は、(A)の重量に基づいて、0.001が好ましく、さらに好ましくは0.005、特に好ましくは0.07、最も好ましくは0.1であり、同様に上限は、3が好ましく、さらに好ましくは2、特に好ましくは1.5、最も好ましくは1である。この範囲であると、拡散下吸収量及び保水量がさらに良好な範囲となりやすい。

#### 【0091】

連結部(RC)を含んでなる構造とは、疎水性物質(C)の全表面積の少なくとも半分の表面が架橋重合体(A)と接触して形成される(A)-(C)-(A)からなるサンドイッチ構造を意味する。疎水性物質(C)は、吸収性樹脂粒子の表面の一部にも存在していることが好ましく、さらに好ましくは吸収性樹脂粒子表面の(C)と吸収性樹脂粒子内部の(C)とが連続的につながっていることである。なお、疎水性物質(C)が吸収性樹脂粒子の表面に存在する場合、(A)-(C)からなる2層構造を形成するが(A)-(C)-(A)からなるサンドイッチ構造とはならない。すなわち、連結部(RC)とは、吸収性樹脂粒子の内部に存在する疎水性物質(C)を意味する。

吸収性樹脂粒子の内部に連結部(RC)を含んでなる構造とは、このサンドイッチ構造{(A)-(C)-(A)}が吸収性樹脂粒子の内部に存在する構造を意味する。

#### 【0092】

連結部(RC)の形状は特に制限はないが、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、層状、面状、棒状、管状、球状、網目状及びこれらの組合せ等が好ましく、さらに好ましくは層状及び面状、さらに好ましくは層状である。連結部(RC)の大きさ( $\mu\text{m}$ )としては、10~1000の直線部分を含むことが好ましく、さらに好ましくは50~800、特に

好ましくは100～700、最も好ましくは200～600の直線部分を含むことである。すなわち、連結部(RC)に含まれる直線部分( $\mu\text{m}$ )の下限は、10が好ましく、さらに好ましくは50、特に好ましくは100であり、同様に上限は、1000が好ましく、さらに好ましくは800、特に好ましくは700、最も好ましくは600である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

連続部(RC)の形状及び大きさは、疎水性物質(C)がフッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質(C2)及び／又はポリシロキサン構造をもつ疎水性物質(C3)の場合、例えば電子線マイクロアナライザー(EPMA)(例えば、日本電子 JXA-8621MX)でフッ素原子及び／又はシリコン原子等のマッピングを行うことにより計測できる。また、疎水性物質(C)が炭化水素基を含有する疎水性物質(C1)の場合、本発明の吸収性樹脂粒子をマイクロトームでカットし、ヘキサン及び／又はジメチルエーテル等の非極性溶媒でカット断面を洗浄した後、SEMで観察することにより計測できる。

#### 【0093】

本発明の吸収性樹脂粒子には、拡散浸透剤(E)を構成成分としてさらに含むことが好ましい。拡散浸透剤(E)は、吸収性樹脂粒子内部において液体の拡散性及び浸透性を向上させるための添加剤であり、従来公知の界面活性剤等(例えば「水溶性高分子の最新技術」CMC出版2000年5月発行；または「界面活性剤の応用技術」CMC出版2002年12月発行に記載の界面活性剤)が使用できる。架橋重合体(A)が、水溶液重合で得られる場合には、界面活性剤のうち、アニオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤及び両性界面活性剤が使用でき、これらの1種又は2種以上を併用してもよい。

#### 【0094】

アニオン性界面活性剤としては、炭素数12～300のエーテルカルボン酸又はその塩、[ポリオキシエチレン(重合度=1～5)ラウリルエーテル酢酸ナトリウム及びポリオキシエチレン(重合度=1～5)ラウリルスルホコハク酸2ナトリウム等]、炭素数12～300のアルキル(エーテル)硫酸エステル塩[ラウリル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレン(重合度=1～5)ラウリル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレン(重合度=1～5)ラウリル硫酸トリエタノールアミン及びポリオキシエチレン(重合度=1～5)ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド硫酸ナトリウム]、炭素数12～24のアルキル(又はアルキルフェニル)スルホン酸塩[ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ジエチルヘキシルスルホコハク酸ナトリウム等]、炭素数12～300のアルキル(エーテル)リン酸エステル塩[ラウリルリン酸ナトリウム及びポリオキシエチレン(重合度=1～100)ラウリルエーテルリン酸ナトリウム等]、炭素数12～24の脂肪酸塩[ラウリン酸ナトリウム及びラウリン酸トリエタノールアミン等]、アシル化アミノ酸塩[ヤシ油脂肪酸メチルタウリンナトリウム、ヤシ油脂肪酸サルコシンナトリウム、ヤシ油脂肪酸サルコシントリエタノールアミン、N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸トリエタノールアミン、N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム及びラウロイルメチル-L-アラニンナトリウム等]及びその他[スルホコハク酸ポリオキシエチレン(重合度=1～5)ラウロイルエタノールアミド2ナトリウム等]等が挙げられる。

#### 【0095】

また、ノニオン性界面活性剤としては、脂肪族アルコール(炭素数12～24)アルキレンオキサイド(炭素数2～5)付加物(重合度=1～5)[ラウリルアルコールエチレンオキサイド付加(重合度=3)物、オレイルアルコールエチレンオキサイド付加(重合度=3)物及びマッコールアルコールエチレンオキサイド付加(重合度=3)物等]、ポリオキシアルキレン(炭素数2～8、重合度=1～5)高級脂肪酸(炭素数12～24)エステル[モノステアリン酸ポリエチレングリコール(重合度=3)及びジステアリン酸ポリエチレングリコール(重合度=3)等]、多価(2価～10価またはそれ以上)アルコール脂肪酸(炭素数8～24)エステル[モノステアリン酸グリセリン、モノステアリン酸エチレングリコール、ソルビタンラウリン酸(モノ/ジ)エステル、ソルビタンパルミチン酸(モノ/ジ)エステル、ソルビタンステアリン酸(モノ/ジ)エステル、ソルビタ

ンオレイン酸 (モノ/ジ) エステル及びソルビタンヤシ油 (モノ/ジ) エステル等]、ポリオキシアルキレン (炭素数 2~8, 重合度=1~5) 多価 (2価~10価またはそれ以上) アルコール高級脂肪酸 (炭素数 8~24) エステル [ポリオキシエチレン (重合度=2) ソルビタンラウリン酸 (モノ/ジ) エステル、ポリオキシエチレン (重合度=2) ソルビタンパルミチン酸 (モノ/ジ) エステル、ポリオキシエチレン (重合度=3) ソルビタンステアリン酸 (モノ/ジ) エステル、ポリオキシエチレン (重合度=3) ソルビタンオレイン酸 (モノ/ジ) エステル、ポリオキシエチレン (重合度=2) ラウリン酸 (モノ/ジ) エステル、ポリオキシエチレン (重合度=3) ステアリン酸 (モノ/ジ) エステル、ポリオキシエチレン (重合度=3) オレイン酸 (モノ/ジ) エステル、ソルビタン及びポリオキシエチレン (重合度=3) ジオレイン酸メチルグルコシド等]、脂肪酸アルカノールアミド [1:1 型ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド、1:1 型ラウリン酸ジエタノールアミド等]、ポリオキシアルキレン (炭素数 2~8, 重合度=1~5) アルキル (炭素数 1~22) フェニルエーテル (ポリオキシエチレン (重合度=2) ノニルフェニルエーテル等)、ポリオキシアルキレン (炭素数 2~8, 重合度=1~5) アルキル (炭素数 8~24) アミノエーテル、アルキル (炭素数 8~24) ジアルキル (炭素数 1~6) アミノオキシド [ラウリルジメチルアミノオキシド等] 等が挙げられる。なお、上記において、(モノ/ジ) エステルとは、モノエステル又はジエステルを意味する。

#### 【0096】

また、カチオン性界面活性剤としては、第 4 級アンモニウム塩 [塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、塩化ジステアリルジメチルアンモニウム及びエチル硫酸ラノリン脂肪酸アミノプロピルエチルジメチルアンモニウム等] 及びアミン塩 [ステアリン酸ジエチルアミノエチルアミド乳酸塩、ジラウリルアミン塩酸塩及びオレイルアミン乳酸塩等] 等が挙げられる。

#### 【0097】

また、両性界面活性剤としては、ベタイン型両性界面活性剤 [ヤシ油脂肪酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ラウリルヒドロキシルホベタイン及びラウロイルアミドエチルヒドロキシエチルカルボキシメチルベタインヒドロキシプロピルリン酸ナトリウム等] 及びアミノ酸型両性界面活性剤 [ $\beta$ -ラウリルアミノプロピオン酸ナトリウム等] 等が挙げられる。

#### 【0098】

これらの拡散浸透剤 (E) のうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、アニオン性界面活性剤及びノニオン性界面活性剤が好ましく、さらに好ましくはアルキル (エーテル) 硫酸エステル塩、アルキル (又はアルキルフェニル) スルホン酸塩、アルキル (エーテル) リン酸エステル塩、脂肪酸塩及び多価アルコール脂肪酸エステル、特に好ましくはウリル硫酸ナトリウム、ラウリルリン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ジエチルヘキシルスルホコハク酸ナトリウム、ラウリルリン酸ナトリウム、ラウリン酸ナトリウム、ソルビタンラウリン酸 (モノ/ジ) エステル、ソルビタンパルミチン酸 (モノ/ジ) エステル、ソルビタンステアリン酸 (モノ/ジ) エステル、ソルビタンオレイン酸 (モノ/ジ) エステル及びソルビタンヤシ油 (モノ/ジ) エステル、ソルビタンラウリン酸 (モノ/ジ) エステル、最も好ましくは、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ジエチルヘキシルスルホコハク酸ナトリウムである。

#### 【0099】

なお、架橋重合体 (A) が、乳化重合又は逆相懸濁重合で得られる場合、拡散浸透剤 (E) としては、乳化重合又は逆相懸濁重合の際に使用する界面活性剤 (乳化・分散剤) と同じ界面活性剤は含まれない。このように同じ界面活性剤は、吸収性樹脂粒子内部において液体の拡散性及び浸透性の向上効果が低いと考えられるからである。この場合、乳化重合又は逆相懸濁重合の際に使用する界面活性剤と異なるアニオン系界面活性剤及びカチオン系界面活性剤が好ましく、さらに好ましくは異なるアニオン系界面活性剤である。異なるアニオン系界面活性剤としては、水溶液重合で例示したものと同様のものが好ましい。



## 【0100】

拡散浸透剤(E)としては、疎水性物質(C)とのより高いHLB値の差を有することが好ましいが、さらに好ましくは(C)と(E)のHLBの差は、1以上であることが好ましく、特に好ましくは2以上、最も好ましくは3以上であり、また、10以下であることが好ましく、さらに好ましくは8以下、特に好ましくは7以下である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

拡散浸透剤(E)のHLB値としては、5~12が好ましく、さらに好ましくは6~11、特に好ましくは7~10、最も好ましくは8~9である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

## 【0101】

拡散浸透剤(E)を含有する場合、(E)の含有量(重量%)は、架橋重合体(A)の重量に基づいて、0.001~3が好ましく、さらに好ましくは0.005~1、特に好ましくは0.07~0.5、最も好ましくは0.1~0.3である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

## 【0102】

第3発明の吸収性樹脂粒子は、(1)連結部(RC)を形成してから、これと架橋重合体(A)と混合・混練する方法、または(2)(A)を製造しながら連結部(RC)を形成する方法等により製造され得る。

## 【0103】

(1)の方法において、連結部(RC)は、疎水性物質(C)をフィルムの粉碎物、ビーズ、棒状又は繊維状に加工することにより形成され得る。フィルムの粉碎物の重量平均粒径( $\mu\text{m}$ )は20~1000が好ましく、さらに好ましくは50~500、特に好ましくは100~400である。ビーズの重量平均粒子径( $\mu\text{m}$ )は、0.5~100が好ましく、さらに好ましくは2~300、特に好ましくは5~100である。棒状の長さ( $\mu\text{m}$ )は、20~1000が好ましく、さらに好ましくは50~500特に好ましくは100~400であり、直径( $\mu\text{m}$ )は、0.5~50が好ましく、さらに好ましくは1~30、特に好ましくは2~15である。繊維状の長さ( $\mu\text{m}$ )は、20~1000が好ましく、さらに好ましくは50~500特に好ましくは100~400であり、直径( $\mu\text{m}$ )は、0.5~50が好ましく、さらに好ましくは1~30、特に好ましくは2~15である。これらの範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

## 【0104】

炭化水素基を含有する疎水性物質(C1)からなる連結部(RC1)としては、ポリスチレンビーズ及びポリエチレンビーズ等のビーズ、並びにポリエチレンフィルム(例えば、タマポリ社製:SE625M、UB-1)及びポリスチレンフィルム(例えば旭化成社製:OPS等)等のフィルムの粉碎品(重量平均粒度20~1000 $\mu\text{m}$ )等が挙げられる。シリコーン含有する疎水性物質(C3)からなる連結部(RC3)としては、シリコーンビーズ(例えば、GE東芝シリコーン社製:トスパール240(不定形シリコーン樹脂微粉末、重量平均粒径4 $\mu\text{m}$ )、トスパール3120(真球状シリコーン樹脂微粉末、重量平均粒径12 $\mu\text{m}$ )、トスパール145(真球状シリコーン樹脂微粉末、重量平均粒径4.5 $\mu\text{m}$ )等)等が挙げられる。フッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質(C2)からなる連結部(RC2)としては、フッ素フィルム(例えば、旭ガラス社製:FLUON PTFE(ポリテトラフルオロエチレンフィルム)、FLUON PFA(四フッ化エチレンとパーフルオロエチレンとの共重合物のフィルム)、FLUON AFLAS(テトラフルオロエチレンとプロピレンとの共重合物のフィルム)等)の粉碎品(重量平均粒径20~1000 $\mu\text{m}$ )等が挙げられる。

これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、フィルムの破砕物が好ましく、さらに好ましくはフッ素フィルムの破砕物である。

## 【0105】

架橋重合体(A)と連結部(RC)の混合・混練方法としては、疎水性物質(C)が架橋重合体(A)の内部に存在するように(架橋重合体(A)と疎水性物質(C)とがサンド



イッチ構造となるように混合・混練されれば制限がない。

水溶液重合法により架橋重合体(A)を得るとき、連結部(RC)と(A)とを混合・混練するタイミングとしては特に制限はないが、重合工程直後、含水ゲルの破碎(ミンチ)中、含水ゲルの乾燥中等が挙げられる。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、重合工程直後、含水ゲルの破碎(ミンチ)工程中が好ましく、さらに好ましくは重合工程直後である。

#### 【0106】

逆相懸濁重合法又は乳化重合により架橋重合体(A)を得るとき、連結部(RC)と(A)とを混合するタイミングとしては特に制限はないが、重合工程直後、脱水工程中(水分10重量%前後まで脱水する工程中)、脱水工程直後、重合に用いた有機溶媒を分離留去する工程中、含水ゲルの乾燥中等が挙げられる。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、重合工程直後、脱水工程中、脱水工程直後、重合に用いた有機溶媒を分離留去する工程中が好ましく、さらに好ましくは重合工程直後、脱水工程中、脱水工程直後、重合に用いた有機溶媒を分離留去する工程中である。

#### 【0107】

混合・混練装置としては、ベックスミル、ラバーチョッパ、ファーマミル、ミンチ機、衝撃式粉碎機及びロール式粉碎機等の通常の装置が使用できる。また、含水ゲルの乾燥中で混合する場合、SVミキサー等の混練装置も使用できる。

#### 【0108】

(2) 架橋重合体(A)を製造しながら連結部(RC)を形成する方法において、連結部(RC)は、疎水性物質(C)の存在下で(A)を重合することにより形成される。また、架橋重合体(A)の重合液に疎水性物質(C)を溶解又は乳化・分散させておき、重合の進行と共に(C)を析出させながら、連結部を形成することもできる。

#### 【0109】

疎水性物質(C)は、水及び/又は揮発性溶媒に、溶解及び/又は乳化した形態でも使用できる(ただし、乳化剤は含まない)。揮発性溶媒としては、除去しやすさの観点等から、20℃での蒸気圧(Pa)が0.13~5.3のものが好ましく、さらに好ましくは0.15~4.5、特に好ましくは0.23~3.8のものである。すなわち、揮発性溶媒の20℃での蒸気圧(Pa)の下限は、0.13が好ましく、さらに好ましくは0.15、特に好ましくは0.23であり、同様に上限は、5.3が好ましく、さらに好ましくは4.5、特に好ましくは3.8である。

揮発性溶媒としては、炭素数1~3のアルコール(メタノール、エタノール及びイソプロピルアルコール等)、炭素数5~8の炭化水素(ペンタン、ヘキサン、シクロヘキサン及びトルエン等)、炭素数2~4のエーテル(ジメチルエーテル、ジエチルエーテル及びテトラヒドロフラン等)、炭素数3~4のケトン(アセトン及びメチルエチルケトン等)、及び炭素数3~5のエステル(蟻酸エチル、酢酸エチル、酢酸イソプロピル及び炭酸ジエチル等)等が挙げられる。水及び/又は揮発性溶媒を使用する場合、これらの使用量(重量%)は、疎水性物質(C)の重量に基づいて、1~900が好ましく、さらに好ましくは5~700、特に好ましくは10~400である。すなわち、この場合、これらの使用量(重量%)の下限は、(C)の重量に基づいて、1が好ましく、さらに好ましくは5、特に好ましくは10であり、同様に上限は、900が好ましく、さらに好ましくは700、特に好ましくは400である。水及び揮発性溶媒を使用する場合、水の使用量(重量%)は、水及び揮発性溶媒の重量に基づいて、50~98が好ましく、さらに好ましくは60~95、特に好ましくは70~90である。すなわち、この場合、水の使用量(重量%)の下限は、水及び揮発性溶媒の重量に基づいて、50が好ましく、さらに好ましくは60、特に好ましくは70であり、同様に上限は、98が好ましく、さらに好ましくは95、特に好ましくは90である。

#### 【0110】

吸収性樹脂粒子が水を含んだ含水ゲル粒子の場合、必要に応じて破碎することができる。破碎後の含水ゲル粒子の大きさは50 $\mu$ m~10cmが好ましく、さらに好ましくは10

0  $\mu\text{m}$  ~ 2 cm、特に好ましくは 1 mm ~ 1 cm である。この範囲であると、乾燥工程での乾燥性がさらに良好となる。

破碎は、架橋重合体 (A) の場合と同様にできる。

#### 【0111】

吸収性樹脂粒子の製造に溶媒（揮発性溶媒を含む）を使用する場合、重合後に溶媒を留去することができる。

溶媒に有機溶媒を含む場合、留去後の有機溶媒の含有量（重量%）は、吸収性樹脂粒子の重量に基づいて、10 ~ 0.01 が好ましく、さらに好ましくは 5 ~ 0.05、特に好ましくは 3 ~ 0.1、最も好ましくは 1 ~ 0.5 である。この範囲であると、吸収性樹脂粒子の吸収性能（特に保水量）がさらに良好となる。

また、溶媒に水を含む場合、留去後の水分（重量%）は、吸収性樹脂粒子の重量に基づいて、0 ~ 20 が好ましく、さらに好ましくは 0 ~ 10、特に好ましくは 0 ~ 5、最も好ましくは 0 ~ 2 である。この範囲であると、吸収性能（特に保水量）及び乾燥後のハンドリング性（吸収性樹脂粒子の粉体流動性等）がさらに良好となる。

なお、有機溶媒の含有量及び水分の測定法、並びに溶媒の留去方法は、架橋重合体 (A) の場合と同様である。

#### 【0112】

吸収性樹脂粒子は、溶媒の留去（乾燥）後に粉碎することができる。

粉碎する場合、粉碎後の重量平均粒径（ $\mu\text{m}$ ）は、100 ~ 800 が好ましく、さらに好ましくは 200 ~ 500、特に好ましくは 300 ~ 400 である。すなわち、重量平均粒径（ $\mu\text{m}$ ）の上限は、800 が好ましく、さらに好ましくは 500、特に好ましくは 400 であり、同様に下限は 100 が好ましく、さらに好ましくは 200、特に好ましくは 300 である。この範囲であると、粉碎後のハンドリング性（吸収性樹脂粒子の粉体流動性等）がさらに良好となりやすい。なお、重量平均粒径は架橋重合体 (A) の場合と同様にして測定できる。

#### 【0113】

微粒子の含有量は少ない方が吸収性能がよく、全粒子に占める 106  $\mu\text{m}$  以下の微粒子の含有量が 3 重量% 以下が好ましく、さらに好ましくは全粒子に占める 150  $\mu\text{m}$  以下の微粒子の含有量が 3 重量% 以下である。微粒子の含有量は、上記の重量平均粒径を求める際に作成するプロットを用いて求めることができる。

粉碎及び粒度調整は、架橋重合体 (A) の場合と同様にできる。

吸収性樹脂粒子の形状については特に限定はなく、不定形破碎状、リン片状、パール状及び米粒状等が挙げられる。これらのうち、紙おむつ用途等での繊維状物とのからみが良く、繊維状物からの脱落の心配がないという観点から、不定形破碎状が好ましい。

#### 【0114】

吸収性樹脂粒子は必要に応じて表面架橋を行うことができる。表面架橋を行うための架橋剤（表面架橋剤）としては、内部架橋剤 (b) と同じものが使用できる。表面架橋剤としては、吸収性樹脂粒子の吸収性能等の観点から、水溶性ビニルモノマー (a1) の水溶性置換基及び／又はビニルモノマー (a2) の加水分解によって生成する水溶性置換基と反応し得る官能基を少なくとも 2 個以上有する架橋剤 (b3) が好ましく、さらに好ましくは多価グリシジル、特に好ましくはエチレングリコールジグリシジルエーテル及びグリセリンジグリシジルエーテル、最も好ましくはエチレングリコールジグリシジルエーテルである。

#### 【0115】

表面架橋する場合、表面架橋剤の含有量（重量%）は、ビニルモノマー (a1) 及び／又は (a2)、内部架橋剤 (b) 並びに必要により使用するその他のビニルモノマー (a3) の合計重量に基づいて、0.001 ~ 7 が好ましく、さらに好ましくは 0.002 ~ 5、特に好ましくは 0.003 ~ 4 である。すなわち、この場合、表面架橋剤の含有量（重量%）の上限は、(a1) 及び／又は (a2)、(b) 並びに (a3) の合計重量に基づいて、7 が好ましく、さらに好ましくは 5、特に好ましくは 4 であり、同様に下限は 0。

001が好ましく、さらに好ましくは0.002、特に好ましくは0.003である。この範囲であると、さらに吸収性能が良好となる。

#### 【0116】

拡散浸透剤(E)を含有させる場合、架橋重合体(A)の内部に存在することが好ましく、さらに好ましくは連結部(RC)の表面に存在することである。

したがって、拡散浸透剤(E)は、架橋重合体(A)の重合前又は重合中に添加するか、連結部(RC)の形成時添加することが好ましい。

#### 【0117】

拡散浸透剤(E)と架橋重合体(A)との混合・混練に用いる設備としては、重合工程に混合する場合、ホモキサー、バイオミキサー等の比較的攪拌力の高い設備が好ましく、重合工程直後又は含水ゲルの破碎中に混合・混練する場合、ベックスミル、ラバーチョップ、ファーマミル、ミンチ機、衝撃式粉碎機及びロール式粉碎機等の通常の装置が使用できる。

#### 【0118】

拡散浸透剤(E)は、水及び／又は揮発性溶媒に、溶解及び／又は乳化した形態でも使用できる。揮発性溶媒としては、疎水性物質(C)の場合と同様であり、好ましい範囲も同じである。

#### 【0119】

次に第4発明について説明する。

第4発明は、架橋重合体(A)と、表面の一部又は全部とに疎水性物質(C)をコーティング又は含浸した材料(D)とを必須構成成分としてなることを特徴とする吸収性樹脂粒子である。

#### 【0120】

材料(D)としては、親水性材料(D1)及び疎水性材料(D2)に疎水性物質(C)をコーティング又は含浸させたもの等が使用できる。

親水性材料(D1)としては、親水性有機ポリマー(d11)及び親水性無機物(d12)等が含まれる。

親水性有機ポリマー(d11)としては、高分子電解質{架橋重合体(A)等}、セルロース(パルプ、木綿、オガクズ及びワラ等)、羊毛、マイクロフィブリル及びバクテリアセルロース等が挙げられる。

親水性無機物(d12)としては、ガラス、シリカゲル、シリカ及びクレー等が挙げられる。

#### 【0121】

疎水性材料(D2)としては、疎水性有機ポリマー(d21)及び疎水性無機物(d22)等が含まれる。

疎水性有機ポリマー(d21)としては、重量平均分子量1000~1000000の合成樹脂等が使用でき、連結部(RC)に使用できる疎水性物質(C1)や、ポリスチレン樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアミド樹脂、エポキシ樹脂及びウレタン樹脂等が用いられる。

ポリスチレン樹脂としては、ポリスチレン、スチレン-エチレン共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体等が挙げられる。

ポリエチレン樹脂としては、高密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン等が挙げられる。

ポリプロピレン樹脂としては、ポリプロピレン、エチレン-プロピレン共重合体等が挙げられる。

アクリル樹脂としては、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル及び／又は炭素数が8~22の長鎖アルキルアルコールの(メタ)アクリルエステル等の重合体等が挙げられる。

ポリエステル樹脂としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリブタジエンテレフタレート等が挙げられる。

ポリアミド樹脂としては、ナイロン等が挙げられる。

エポキシ樹脂としては、通常のエポキシ樹脂の硬化物等が挙げられる。

ウレタン樹脂としては、通常のポリオールのイシシアネートの硬化物等が挙げられる。

疎水性無機物 (d 2 2) としては、炭素繊維、カオリン、タルク、マイカ、ベントナイト、セリサイト、アスベスト及びシラス等が挙げられる。

これらのうち、親水性材料 (D 1) が好ましく、さらに好ましくは親水性有機ポリマー (d 1 1)、特に好ましくはセルロース及び高分子電解質である。

#### 【0122】

親水性材料 (D 1) 及び疎水性材料 (D 2) の形状としては、不定形、真球状、フィルム状、棒状及び繊維状等のいずれでもよいが、不定形又はフィルム状が好ましく、さらに好ましくは不定形である。

#### 【0123】

親水性材料 (D 1) 及び疎水性材料 (D 2) の体積平均粒径 ( $\mu\text{m}$ ) は、10～1000 が好ましく、さらに好ましくは20～800、特に好ましくは30～600、より特に好ましくは40～500、最も好ましくは50～400である。すなわち、(D 1) 及び (D 2) の体積平均粒径 ( $\mu\text{m}$ ) の上限は、1000が好ましく、さらに好ましくは800、特に好ましくは600、より特に好ましくは500、最も好ましくは400であり、また同様に下限は、10が好ましく、さらに好ましくは20、特に好ましくは30、より特に好ましくは40、最も好ましくは50である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

なお、体積平均粒径は、光散乱法 (溶媒: メタノール) により測定される。

#### 【0124】

材料 (D) が疎水性材料 (D 1) にコーティング又は含浸される場合、コーティング又は含浸させる疎水性物質 (C) としては、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、炭化水素基を含有する疎水性物質 (C 1) のうち、ポリオレフィン樹脂、ワックス及び長鎖脂肪酸エステルが好ましく、さらに好ましくはワックス及び長鎖脂肪酸エステル、特に好ましくはワックス、最も好ましくはパラフィンワックスである。また、同様に、フッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質 (C 2) のうち、パーフルオロアルカン及びパーフルオロアルキルエーテルが好ましく、さらに好ましくはパーフルオロアルキルエーテル、特に好ましくはジペンタフルオロプロピルエーテル、ジヘプタフルオロプロピルエーテル、ジヘプタフルオロブチルエーテル及びジノナフルフルオロヘキシルエーテル、最も好ましくはブタフルオロプロピルエーテル及びジヘプタフルオロブチルエーテルである。また、同様に、ポリシロキサン構造をもつ疎水性物質 (C 3) のうち、ポリジメチルシロキサン及びアルコキシ変性ポリシロキサンが好ましく、さらに好ましくはポリジメチルシロキサンである。

#### 【0125】

材料 (D) が親水性材料 (D 2) にコーティング又は含浸される場合、コーティング又は含浸させる疎水性物質 (C) としては、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、炭化水素基を含有する疎水性物質 (C 1) のうち、ポリオレフィン樹脂誘導体、ワックス誘導体及び長鎖脂肪酸エステルが好ましく、さらに好ましくはワックス誘導体及び長鎖脂肪酸エステル、特に好ましくは長鎖脂肪酸エステル、最も好ましくはペンタエリスリットオレイン酸モノエステル及びソルビットオレイン酸モノエステルである。また、同様に、フッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質 (C 2) のうち、パーフルオロアルキルカルボン酸及びパーフルオロアルキルアルコールが好ましく、さらに好ましくはパーフルオロアルキルカルボン酸金属塩及びパーフルオロアルキルアルコール、特に好ましくはパーフルオロアルキルカルボン酸金属塩である。また、同様に、ポリシロキサン構造をもつ疎水性物質 (C 3) のうち、ポリエーテル変性ポリシロキサン、カルボキシル変性ポリシロキサン、エポキシ変性ポリシロキサン及びアミノ変性ポリシロキサンが好ましく、さらに好ましくはカルボキシル変性ポリシロキサン、エポキシ変性ポリシロキサン及びアミノ変性ポリシロキサン、特に好ましくはカルボキシル変性ポリシロキサン及びアミノ変性ポリシロキサン、最も好ましくはアミノ変性ポリシロキサンである。

## 【0126】

材料 (D) 中の疎水性物質 (C) の含有量 (重量%) は、(D) の重量に基づいて 0.001~3 が好ましく、さらに好ましくは 0.005~1、特に好ましくは 0.07~0.5、最も好ましくは 0.1~0.3 である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

## 【0127】

材料 (D) の含有量 (重量%) は、架橋重合体 (A) の重量に基づいて、0.1~50 が好ましく、さらに好ましくは 0.5~20、特に好ましくは 1~10、最も好ましくは 2~4 である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

## 【0128】

第 4 発明における吸収性樹脂粒子は、第 3 発明と同様に拡散浸透剤 (E) を構成成分としてさらに含むことが好ましい。拡散浸透剤 (E) としてはすでに挙げたものと同一のものが使用でき、含有量及び好ましい範囲も同じである。なお、架橋重合体 (A) が、乳化重合又は逆相懸濁重合で得られる場合、拡散浸透剤 (E) としては、乳化重合又は逆相懸濁重合の際に使用する界面活性剤 (乳化・分散剤) と同じ界面活性剤は含まれないことは第 3 発明の吸収性樹脂粒子と同様である。

## 【0129】

第 4 発明の吸収性樹脂粒子は、材料 (D) と架橋重合体 (A) と混合・混練する方法等により製造され得る。また、材料 (D) の存在下で架橋重合体 (A) を重合することによっても製造され得る。

架橋重合体 (A) と材料 (D) の混合・混練方法としては、材料 (D) が架橋重合体 (A) の内部に存在するように {架橋重合体 (A) と材料 (D) とがサンドイッチ構造となるように} 混合・混練されれば制限がない。

水溶液重合法により架橋重合体 (A) を得るとき、材料 (D) と (A) とを混合・混練するタイミングとしては特に制限はないが、重合工程、重合工程直後、含水ゲルの破碎 (ミンチ) 中、含水ゲルの乾燥中等が挙げられる。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、重合工程直後、含水ゲルの破碎 (ミンチ) 工程中が好ましく、さらに好ましくは重合工程直後である。

## 【0130】

逆相懸濁重合法又は乳化重合により架橋重合体 (A) を得るとき、材料 (D) と (A) とを混合するタイミングとしては特に制限はないが、重合工程、重合工程直後、脱水工程中 (水分 10 重量%前後まで脱水する工程中)、脱水工程直後、重合に用いた有機溶媒を分離留去する工程中、含水ゲルの乾燥中等が挙げられる。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、重合工程直後、脱水工程中、脱水工程直後、重合に用いた有機溶媒を分離留去する工程中が好ましく、さらに好ましくは重合工程直後、脱水工程中、脱水工程直後、重合に用いた有機溶媒を分離留去する工程中である。

## 【0131】

混合・混練装置としては、ベックスミル、ラバーチョップ、ファーマミル、ミンチ機、衝撃式粉碎機及びロー式粉碎機等の通常の装置が使用できる。また、含水ゲルの乾燥中で混合する場合、SVミキサー等の混練装置も使用できる。

## 【0132】

疎水性物質 (C) をコーティング又は含浸させる際、疎水性物質 (C) は、溶媒に溶解又は乳化・分散するか、または (C) の融点以上に加熱して熔融することにより、液体として用いることができる。

親水性材料 (D1) 又は疎水性材料 (D2) に疎水性物質 (C) をコーティング又は含浸するには、(D1) 又は (D2) に上記液体を噴霧するか、上記液体に (D1) 又は (D2) をディッピングことにより達成できる。なお、親水性材料 (D1) 又は疎水性材料 (D2) に固体状の疎水性物質 (C) 又は (C) の乳化分散体を接触させた後、(C) の融点以上に加熱してコーティング又は含浸することもできる。

コーティング又は含浸するのに溶媒を用いた場合、溶媒を留去することが好ましい。また

、この場合、留去後の有機溶媒の含有量(重量%)は、材料(D)の重量に基づいて、10~0.01が好ましく、さらに好ましくは5~0.05、特に好ましくは3~0.1、最も好ましくは1~0.5である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性(特に保水量)がさらに良好となる。また、溶媒に水を含む場合、留去後の水分(重量%)は、材料(D)の重量に基づいて、0~20が好ましく、さらに好ましくは0~10、特に好ましくは0~5、最も好ましくは0~2である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性(特に保水量)がさらに良好となる。

なお、留去する方法及び溶媒の含有量の測定法は架橋重合体(A)の場合と同じである。使用できる溶媒としては、(C)を溶解するものであれば特に限定はしないが、上述の水及び/又は揮発性溶媒が好ましい。

噴霧、ディッピング又は接触に適用できる混合装置としては、ナウターミキサー及びタービュライザ等が挙げられる。

#### 【0133】

吸収性樹脂粒子が水を含んだ含水ゲル粒子の場合、必要に応じて破碎することができる。破碎後の含水ゲル粒子の大きさ及び破碎方法は、架橋重合体(A)の場合と同様である。吸収性樹脂粒子の製造に溶媒(揮発性溶媒を含む)を使用する場合、重合後に溶媒を留去することができ、溶媒に有機溶媒を含む場合の留去後の有機溶媒の含有量(重量%)、及び溶媒に水を含む場合の留去後の水分(重量%)は、第3発明の場合と同様である。

吸収性樹脂粒子は、溶媒の留去(乾燥)後に粉碎することができ、粉碎する場合の粉碎後の重量平均粒径( $\mu\text{m}$ )は、第3発明の場合と同様である。

微粒子の含有量は少ない方が吸収性能がよく、全粒子に占める106 $\mu\text{m}$ 以下の微粒子の含有量は、第3発明の場合と同様である。

粉碎及び粒度調整は、架橋重合体(A)の場合と同様にできる。

吸収性樹脂粒子の形状については第3発明と同様である。

#### 【0134】

吸収性樹脂粒子は、第3発明と同様に必要に応じて表面架橋を行うことができる。

拡散浸透剤(E)を含有させる場合、架橋重合体(A)の内部に存在することが好ましく、さらに好ましくは材料(D)の表面に存在することである。

したがって、拡散浸透剤(E)は、材料(D)と架橋重合体(A)との混合・混練前、混合・混練中に、材料(D)と共に添加混合することが好ましい。

拡散浸透剤(E)を混合・混練するための設備としては、第3発明の場合と同様である。

また、拡散浸透剤(E)は、水及び/又は揮発性溶媒に、溶解及び/又は乳化した形態でも使用できる。揮発性溶媒としては、疎水性物質(C)の場合と同様であり、好ましい範囲も同じである。

#### 【0135】

本発明(第1~4発明)の吸収性樹脂粒子の含水率(重量%)は、吸収性物品に適用する場合、作業性・風合い・耐湿性等の観点から、1~12が好ましく、さらに好ましくは2~10、特に好ましくは4~8である。すなわち、含水率(重量%)の上限は、12が好ましく、さらに好ましくは10、特に好ましくは8であり、同様に下限は1が好ましく、さらに好ましくは2、特に好ましくは4である。この範囲であると、吸収性樹脂粒子が衝撃により破壊されずのを防ぎ、作業性等がさらに良好となりやすい。

なお、含水率は、乾燥工程のみで決まるのではなく、表面架橋工程及び加水工程等で調整される。また、含水率は、前記の水分の測定法と同様にして(120 $\pm$ 5 $^{\circ}\text{C}$ 、30分等)乾燥処理した後の重量減少率で測定できる。

#### 【0136】

本発明(第1~4)の吸収性樹脂粒子には、必要により任意の段階{架橋重合体(A)の重合工程、破碎工程、乾燥工程、粉碎工程及び/又は表面架橋工程の各工程中及び/又は工程の前後}において、添加物を添加することができる。

添加物としては、防腐剤、防かび剤、抗菌剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、着色剤、芳香剤、消臭剤及び有機質繊維状物等が使用でき、これらの1種又は2種以上を併用しても



よい。

#### 【0137】

防腐剤としては、サリチル酸、ソルビン酸、デヒドロ酢酸及びメチルナフトキノン等の保存料、並びにクロラミンB及びニトロフラゾン等の殺菌料等が挙げられる。

防かび剤としては、p-オキシ安息香酸ブチル等が挙げられる。

抗菌剤としては、塩化ベンザルコニウム塩及びグルコン酸クロルヘキシジン等が挙げられる。

#### 【0138】

酸化防止剤としては、トリエチレングリコールビス-[3-(3-*t*-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、1, 6-ヘキサンジオールビス[3-(3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、オクタデシル-3-(3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート及び3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシベンジルフオスフォネートジエチルエステル等のヒンダードフェノール系酸化防止剤並びに*n*-ブチルアミン、トリエチルアミン及びジエチルアミノメチルメタクリレート等のアミン系酸化防止剤等が挙げられる。

#### 【0139】

紫外線吸収剤としては、2-(5-メチル-2-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(3, 5-ジ-*t*-ブチル-2-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(3, 5-ジ-*t*-ブチル-2-ヒドロキシフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール及び2-(3, 5-ジ-*t*-アミル-2-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール等のベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤；2-(4, 6-ジフェニル-1, 3, 5-トリアジン-2-イル)-5-[(ヘキシル)オキシ]フェノール等のトリアジン系紫外線吸収剤；2-ヒドロキシ-4-*n*-オクチルオキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤；並びに2-エトキシ-2'-エチルオキサリク酸ビスアニリド等の蓚酸アニリド系紫外線吸収剤等が挙げられる。

#### 【0140】

着色剤としては、酸化チタン及びフェライト等の無機顔料、アゾレーキ系、ベンジイミダゾロン系及びフタロシアニン系等の有機顔料、並びにニグロシン系及びアニリン系等の染料等が挙げられる。

芳香剤としては、ジャ香、アビエス油及びテレピン油等の天然香料、並びにメントール、シトラール、p-メチルアセトフェノン及びフローラル等の合成香料等が挙げられる。

消臭剤としては、ゼオライト、シリカ、フラボノイド及びシクロデキストリン等が挙げられる。

#### 【0141】

これらの添加物を添加する場合、その添加量(重量%)は用途によって異なるが、吸収性樹脂粒子の重量に基づいて、 $10^{-6}$ ~20が好ましく、さらに好ましくは $10^{-5}$ ~10、特に好ましくは $10^{-4}$ ~5である。すなわち、添加剤の添加量(重量%)の上限は、20が好ましく、さらに好ましくは10、特に好ましくは5であり、同様に下限は $10^{-6}$ が好ましく、さらに好ましくは $10^{-5}$ 、特に好ましくは $10^{-4}$ である。この範囲であると、吸収性樹脂粒子の吸収性能を低下させることなく、抗菌作用等を付与することができる。

#### 【0142】

本発明(第1~4発明)の吸収性樹脂粒子は、各種の吸収体に適用することにより、吸収性能に優れた吸収性物品を製造し得る。

吸収体に吸収性樹脂粒子を適用する方法としては、(1)層状に配置されたパルプ等からなる繊維状物の層の間に吸収性樹脂粒子を散粒する方法；(2)パルプ、熱融着性繊維等からなる繊維状物と吸収性樹脂粒子とを混合する方法；(3)二枚以上の吸水紙や不織布で、必要により繊維状物と共に吸収性樹脂粒子をサンドイッチする等の方法等が挙げられる。

#### 【0143】

繊維状物としては、各種フラッフパルプや綿状パルプ等、従来から吸収性物品に使用さ

れている繊維状物〔原料（針葉樹及び広葉樹等）、製造方法〔クラフトパルプ、ケミカルパルプ、セミケミカルパルプ及びケミサーモメカニカルパルプ（CTMP）等〕、漂白方法〕等については特に限定されない。また、繊維状物としては前記の有機質繊維状物の他に、必要により水に膨潤しない合成繊維も単独あるいは上記のフラッフパルプや綿状パルプ等と併用して使用できる。合成繊維としては、ポリオレフィン系繊維（ポリエチレン系繊維及びポリプロピレン系繊維等）、ポリエステル系繊維（ポリエチレンテレフタレート繊維等）、ポリオレフィン・ポリエステル複合繊維、ポリアミド系繊維及びポリアクリロニトリル系繊維等が挙げられる。

#### 【0144】

繊維状物の長さ、太さについては特に限定されず通常、長さは1～200mm、太さは0.1～100デニール（0.11～110dtex）の範囲が好適である。

形状についても繊維状であれば特に限定されず、ウェブ状、細い円筒状、裁断されたスプリットヤーン状、ステーブル状及びフィラメント状等が例示される。

#### 【0145】

吸収体に対する本発明の吸収性樹脂粒子の添加量（重量％）は、吸収体の種類やサイズ、目標とする吸収性能に応じて種々変化させることができるが、吸収性樹脂粒子と繊維状物の合計重量に基づいて、30～95が好ましく、さらに好ましくは40～94、特に好ましくは50～93である。この範囲であると、得られる吸収体の吸収能がさらに良好となりやすい。

#### 【0146】

本発明の吸収性樹脂粒子を用いた吸収体は、被吸収液（汗、尿及び血液等の体液並びに海水、地下水及び泥水等の水等）を吸収した場合であってもさらっとした感触を示すため、紙おむつ及び生理用ナプキン等の衛生用品に適用した場合、優れた吸収性能のみならず、被吸収液が圧力下でも逆戻りしにくい優れた特徴を発揮する。

従って、本発明の吸収性樹脂粒子を用いることにより、どのような状態においても高い吸収性能を発揮する吸収性物品を容易に製造することができる。

すなわち、使用者が装着した状態で座ったり横になったような荷重のかかった状態であっても吸収量及び吸収速度が低下せず、その結果モレ等の問題が極めて発生しにくい。

#### 【0147】

吸収性物品としては、吸収体、液体透過性シート、通気性バックシートを備える吸収性物品が好ましく、さらに好ましくは衛生用品としての吸収性物品である。

衛生用品としては、紙おむつ（子供用紙おむつ及び大人用紙おむつ等）、ナプキン（生理用ナプキン等）、紙タオル、パッド（失禁者用パッド及び手術用アンダーパッド等）及びペットシート（ペット尿吸収シート）等が挙げられる。これらの衛生物品のうち、紙おむつにより適している。さらに、紙おむつのうちでも、SDME法で測定した表面ドライネス値が50％以上、さらに好ましくは55％以上の値が要求される紙おむつに最適である。

#### 【0148】

<SDME法による表面ドライネス値>

SDME法による表面ドライネス値は、SDME（Surface Dryness Measurement Equipment）試験器（WK system社製）を用いて次の手順で測定される。

SDME試験器の検出器を十分に湿らした紙おむつ（紙おむつを覆う程度の人工尿（塩化カルシウム0.03重量％、硫酸マグネシウム0.08重量％、塩化ナトリウム0.8重量％及びイオン交換水99.09重量％）中に浸し、60分放置した）の上に置き、0％ドライネス値を設定し、次に、SDME試験器の検出器を乾いた紙おむつ（紙おむつを80℃、2時間加熱乾燥した）の上に置き100％ドライネスを設定し、SDME試験器の校正を行う。

次に、測定する紙おむつの中央に金属リング（内径70mm、外径80mm長さ50mm、重量300g）をセットし、人工尿80mlを注入する。注入後直ちに金属リングを取り去り、紙おむつの中央にSDME検出器を紙おむつに接触してセットし測定を開始す



る。測定開始後、5分後の値をSDMEによる表面ドライネス値とする。

#### 【0149】

なお、本発明の吸収性樹脂粒子は前記載の衛生用品用途のみならず、ペット尿吸収剤、携帯トイレの尿ゲル化剤、青果物等の鮮度保持剤、肉類及び魚介類のドリップ吸収剤、保冷剤、使い捨てカイロ、電池用ゲル化剤、植物や土壌等の保水剤、結露防止剤、止水材やパッキング材並びに人工雪等、種々の用途にも有用である。

#### 【実施例】

##### 【0150】

以下、実施例及び比較例により本発明をさらに説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。以下、特に定めない限り、部は重量部を示し、%は重量%を示す。

##### 【0151】

#### <含水ゲル状重合体(AA-1)の合成>

ガラス製反応容器に、アクリル酸ナトリウム77部、アクリル酸22.85部、N,N'-メチレンビスアクリルアミド0.15部及び脱イオン水293部、ジクロロトリス(トリフェニルホスフィン)ルテニウム0.001部を仕込み、攪拌、混合しながら内容物の温度を3℃に保った。

内容物に窒素を流入して溶存酸素量を1ppm以下とした後、過酸化水素の1%水溶液0.3部、アスコルビン酸の0.2%水溶液0.8部及び2,2'-アゾビスアミジノプロパンジハイドロクロライドの2%水溶液0.8部を添加・混合して重合を開始させ、反応液が80℃に達した後、重合温度80±2℃で約5時間重合することにより、架橋重合体(A1)からなる含水ゲル状重合体(AA-1)を得た。含水率(120±5℃×30分)は25.1%であった。

##### 【0152】

#### <材料(DD11)の調製>

クレー(ROCKWOOD ADDITIVES LIMITED社製:LAPONIP E XLG)5部に、アミノ変性シリコーン(信越化学社製品:KF354)0.0005部をメタノール10部に溶解させた液を添加し、25℃でバイオミキサー(日本精機社製ABM-2型)にて2分間攪拌した後、60℃×1時間乾燥させ、疎水処理材料(DD11)を得た。

##### 【0153】

#### <材料(DD12)の調製>

パルプ5部(日本製紙ケミカル社製品:KCフロックW-400G)にジメチルシリコーン(東レ・ダウコーニング・シリコーン社製、商品名:SH200)0.0005部をメタノール10部に溶解させた液を添加し、25℃でバイオミキサー(日本精機社製ABM-2型)にて2分間攪拌した後、60℃×1時間乾燥させ、疎水処理材料(DD12)を得た。

##### 【0154】

#### <材料(DD13)の調製>

シリカ5部(日本エアロジェル社製品:アエロジェル200PE)にジメチルシリコーン(東レ・ダウコーニング・シリコーン社製、商品名:SH200)0.0005部をメタノール10部に溶解させた液を添加し、25℃でバイオミキサー(日本精機社製ABM-2型)にて2分間攪拌した後、60℃×1時間乾燥させ、疎水処理材料(DD13)を得た。

##### 【0155】

#### <材料(DD14)の調製>

クレー(ROCKWOOD ADDITIVES LIMITED社製:LAPONIP E XLG)5部に、流動パラフィン(粘度:50mPa・s)0.0005部をシクロヘキサン10部に溶解させた液を添加し、25℃でバイオミキサー(日本精機社製ABM-2型)にて2分間攪拌した後、60℃×1時間乾燥させ、疎水処理材料(DD14)を得た。

## 【0156】

## &lt;材料(DD15)の調製&gt;

パルプ5部(日本製紙ケミカル社製品:KCフロックW-400G)にカルボキシル変性ワックス(三洋化成工業社製、商品名:サンワックス165-P)0.0005部をシクロヘキサン10部に溶解させた液を添加し、25℃でバイオミキサー(日本精機社製 ABM-2型)にて2分間攪拌した後、60℃×1時間乾燥させ、疎水処理材料(DD15)を得た。

## 【0157】

## &lt;材料(DD16)の調製&gt;

シリカ5部(日本エアロジェル社製品:アエロジェル200PE)にカルボキシル変性ワックス(三洋化成工業社製、商品名:サンワックス165-P)0.0005部をシクロヘキサン10部に溶解させた液を添加し、25℃でバイオミキサーにて2分間攪拌した後、60℃×1時間乾燥させ、疎水処理材料(DD16)を得た。

## 【0158】

## &lt;実施例1&gt;

含水ゲル状重合体(AA-1)400部に材料(DD11)40部及び界面活性剤(三洋化成工業社製:サンモリンOT70)0.4部を加え、ミンチ機(目皿の穴径:6mm、飯塚工業社製 12VR-400K)にて25℃で5分間混練した後、135℃、風速2.0m/秒の条件の通気型バンド乾燥機で乾燥し、重合体乾燥物を得た。

この重合体乾燥物を市販のジューサーミキサーにて粉碎し、目開き600及び250 $\mu$ mのふるいを用いて250~600 $\mu$ mの粒度に調整した後、この100部を高速攪拌(細川ミクロン製高速攪拌タービュライザー:回転数2000rpm)しながらエチレングリコールジグリシジルエーテルの10%水/メタノール混合溶液(水/メタノールの重量比=70/30)の2部をスプレー噴霧しながら加えて混合し、140℃で30分間静置して加熱架橋することにより吸収性樹脂粒子(1)を得た。

## 【0159】

## &lt;実施例2&gt;

材料(DD11)に代えて、材料(DD12)を用いた以外実施例1と同様にして、吸収性樹脂粒子(2)を得た。

## 【0160】

## &lt;実施例3&gt;

材料(DD11)に代えて、材料(DD13)を用いた以外実施例1と同様にして、吸収性樹脂粒子(3)を得た。

## 【0161】

## &lt;実施例4&gt;

材料(DD11)に代えて、材料(DD14)を用いた以外実施例1と同様にして、吸収性樹脂粒子(4)を得た。

## 【0162】

## &lt;実施例5&gt;

材料(DD11)に代えて、材料(DD15)を用いた以外実施例1と同様にして、吸収性樹脂粒子(5)を得た。

## 【0163】

## &lt;実施例6&gt;

材料(DD11)に代えて、材料(DD16)を用いた以外実施例1と同様にして、吸収性樹脂粒子(6)を得た。

## 【0164】

## &lt;実施例7&gt;

材料(DD11)に代えて材料(DD17)を、また界面活性剤(三洋化成工業社製:サンモリンOT70)に代えて界面活性剤(三洋化成工業社製:ナロアクティーID50)を用いた以外実施例1と同様にして、吸収性樹脂粒子(7)を得た。

## 【0165】

## &lt;実施例 8&gt;

材料(DD11)に代えて材料(DD12)を、また界面活性剤(三洋化成工業社製:サンモリンOT70)に代えて界面活性剤(三洋化成工業社製:ナロアクティーID50)を用いた以外実施例1と同様にして、吸収性樹脂粒子(8)を得た。

## 【0166】

## &lt;実施例 9&gt;

含水ゲル状重合体(AA-1)400部にシリコンビーズ(東芝シリコン社製:トスパール平均粒径 $2\mu\text{m}$ )40部及び界面活性剤(三洋化成工業社製:ナロアクティーID50)0.4部を加え、ミンチ機(目皿の穴径:6mm、飯塚工業社製 12VR-400Kにて $25^{\circ}\text{C}$ で5分間混合・混練した後、 $135^{\circ}\text{C}$ 、風速 $2.0\text{m}/\text{秒}$ の条件の通気型バンド乾燥機で乾燥し、重合体乾燥物を得た。

この重合体乾燥物を市販のジューサーミキサーにて粉碎し、目開き600及び $250\mu\text{m}$ のふるいを用いて $250\sim 600\mu\text{m}$ の粒度に調整した後、この100部を高速攪拌(細川ミクロン製高速攪拌タービュライザー:回転数 $2000\text{rpm}$ )しながらエチレングリコールジグリシジルエーテルの10%水/メタノール混合溶液(水/メタノールの重量比=70/30)を2部をスプレー噴霧しながら加えて混合し、 $140^{\circ}\text{C}$ で30分間静置して加熱架橋することで吸収性樹脂粒子(9)を得た。

## 【0167】

## &lt;実施例 10&gt;

シリコンビーズに代えてポリエチレンフィルムの粉碎物(タマポリ社製品ポリエチレンフィルム、厚み: $30\mu\text{m}$ 、目開き $250\mu\text{m}$ のパス品)を用いた以外実施例9と同様にして、吸収性樹脂粒子(10)を得た。

## 【0168】

## &lt;実施例 11&gt;

この含水ゲル状重合体(AA-1)400部にワックスエマルジョン(三井化学株式会社製、商品名ケミパールS650)40部および界面活性剤(三洋化成工業社製:ナロアクティーID50)0.4部を加え、ミンチ機に(目皿の穴径:6mm、飯塚工業社製 12VR-400Kにて $25^{\circ}\text{C}$ で5分間混練した後、 $135^{\circ}\text{C}$ 、風速 $2.0\text{m}/\text{秒}$ の条件の通気型バンド乾燥機で乾燥し、重合体乾燥物を得た。

この重合体乾燥物を市販のジューサーミキサーにて粉碎し、目開き590及び $250\mu\text{m}$ のふるいを用いて $30\sim 60$ メッシュの粒度に調整した後、このものの100部を高速攪拌(細川ミクロン製高速攪拌タービュライザー:回転数 $2000\text{rpm}$ )しながらエチレングリコールジグリシジルエーテルの10%水/メタノール混合溶液(水/メタノールの重量比=70/30)を2部をスプレー噴霧しながら加えて混合し、 $140^{\circ}\text{C}$ で30分間静置して加熱架橋することで吸収性樹脂粒子(11)を得た。

## 【0169】

## &lt;実施例 12&gt;

ガラス製反応容器に、アクリル酸ナトリウム77部、アクリル酸22.85部、N,N'-メチレンビスアクリルアミド0.15部及び脱イオン水293部、ジクロロトリス(トリフェニルホスフィン)ルテニウム0.001部、界面活性剤(三洋化成工業社製:ナロアクティーID20:疎水性物質)0.2部を仕込み、攪拌、混合しながら内容物の温度を $3^{\circ}\text{C}$ に保った。

内容物に窒素を流入して溶存酸素量を $1\text{ppm}$ 以下とした後、過酸化水素の1%水溶液0.3部、アスコルビン酸の0.2%水溶液0.8部及び2,2'-アゾビスアミジノプロパンジハイドロクロライドの2%水溶液0.8部を添加・混合して重合を開始させ $80^{\circ}\text{C}$ に達した後、重合温度 $80\pm 2^{\circ}\text{C}$ で約5時間重合することにより架橋重合体(A2)からなる含水ゲル状重合体(AA-2)を得た。この含水ゲル状重合体(AA-2)400部に界面活性剤(三洋化成工業社製:ナロアクティーID50)0.4部を加え、ミンチ機(目皿の穴径:6mm、飯塚工業社製 12VR-400Kにて $25^{\circ}\text{C}$ で5分間混練

した後、135℃、風速2.0m/秒の条件の通気型バンド乾燥機で乾燥し、重合体乾燥物を得た。

この重合体乾燥物を市販のジューサーミキサーにて粉碎し、目開き600及び250 $\mu$ mのふるいを用いて250～600 $\mu$ mの粒度に調整した後、この100部を高速攪拌（細川ミクロン製高速攪拌タービュライザー：回転数2000rpm）しながらエチレングリコールジグリシジルエーテルの10%水/メタノール混合溶液（水/メタノールの重量比＝70/30）の2部をスプレー噴霧しながら加えて混合し、140℃で30分間静置して加熱架橋することにより吸収性樹脂粒子（12）を得た。

#### 【0170】

##### <比較例1>

この含水ゲル状重合体（AA-1）に材料（D）および界面活性剤を添加しない以外は実施例1と同様にして比較吸収性樹脂粒子（1'）を得た。

#### 【0171】

##### <比較例2>

材料（DD12）に代えてパルプ（日本製紙ケミカル社製品：KCフロックW-400G）を用いた以外は実施例1と同様にして比較吸収性樹脂粒子（2'）を得た。

#### 【0172】

##### <比較例3>

材料（DD13）に代えてシリカ（日本エアロジェル社製品：エアロジェル200PE）を用いた以外は実施例1と同様にして比較吸収性樹脂粒子（3'）を得た。

#### 【0173】

吸収性樹脂粒子（1）～（12）及び比較吸収性樹脂粒子（1'）～（3'）の拡散下吸収量（Q）{定量ポンプとして、聶産業株式会社製滴下ポンプ、商品名CP-21を用いた。}、保水量（X）、荷重下通液速度（Y）、生理食塩水での飽和膨潤度の70体積%に到達するまでの吸収時間（分）（Z）の評価結果を上記方法により評価した結果を表1に示した。

#### 【0174】

【表1】

	実施例												比較例		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3
吸収性樹脂粒子	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)	(12)	(1')	(2')	(3')
拡散下吸収量 (ml)	50	52	53	55	52	57	58	52	54	55	53	52	37	23	37
保水量 (X) (g/g)	36	36	35	35	35	35	36	36	35	35	36	36	34	34	35
荷重下通液速度 (Y) (ml/分)	12	15	15	16	20	24	21	19	19	20	15	15	11	13	11
吸収時間 (Z) (分)	1.8	1.6	1.2	1.1	1.7	1.0	1.1	1.1	1.2	0.9	0.9	1.2	5.0	5.1	5.0
-0.0071 (Y) + 2.7	2.4	2.4	2.5	2.5	2.5	2.5	2.4	2.4	2.5	2.5	2.4	2.4	2.5	2.5	2.5

## 【0175】

## &lt;実施例13&gt;

フラッフパルプ100部と、実施例1で得られた本発明の吸収性樹脂粒子(1)100部とを気流型混合装置で混合した混合物を坪量約 $400\text{ g/m}^2$ となるように均一に積層し、 $5\text{ Kg/cm}^2$ の圧力で30秒間プレスし、実施例13の吸収体(B1)を得た。得られた吸収体を $14\text{ cm}\times 36\text{ cm}$ の長方形に裁断し、各々の上下に吸収体と同じ大きさの吸水紙(坪量 $15.5\text{ g/m}^2$ )を配置し、更に市販の紙おむつに使用されているポリエチレンシートを裏面に、ポリエチレン製不織布(坪量 $20.0\text{ g/m}^2$ )を表面に配置することにより紙おむつ(1)を作成した。

## 【0176】

## &lt;実施例14～24&gt;

同様に、吸収性樹脂粒子(1)に代えて吸収性樹脂粒子(2)～(12)を用いて、吸収体(B2)～(B12)を調製し、さらに紙おむつ(2)～(12)を作成した。

## 【0177】

## &lt;実施例25&gt;

フラッフパルプ50部の層を形成した後、実施例2で得られた吸収性樹脂粒子(2)100部を均一に散布し、更にその上にフラッフパルプ50部の層を積層してサンドイッチ構造とし、 $5\text{ Kg/cm}^2$ の圧力で30秒間プレスして、吸収体(B13)を得た。得られた吸収体を $14\text{ cm}\times 36\text{ cm}$ の長方形に裁断し、各々の上下に吸収体と同じ大きさの吸水紙(坪量 $15.5\text{ g/m}^2$ )を配置し、更に市販の紙おむつに使用されているポリエチレンシートを裏面に、ポリエチレン製不織布(坪量 $20.0\text{ g/m}^2$ )を表面に配置することにより紙おむつ(13)を作成した。

## 【0178】

## &lt;比較例4、5及び6&gt;

吸収性樹脂粒子(1)に代えて、比較例1、2及び3で得られた比較吸収性樹脂粒子(1')、(2')又は(3')を用いて、実施例13と同様にして、比較吸収体(B1')、(B2')又は(B3')を調製し、紙おむつ(1')、(2')又は(3')を作成した。

## 【0179】

作成した紙おむつ(1)～(13)及び(1')～(3')について、漏れまでの吸収量、表面ドライ感を以下の方法により、またSDMEによる表面ドライネス値を上記方法により測定し、測定結果を表2に示した。

## 【0180】

## &lt;漏れまでの吸収量&gt;

アクリル板( $140\text{ mm}\times 360\text{ mm}$ 、重量 $0.5\text{ Kg}$ )上に紙おむつ( $140\text{ mm}\times 360\text{ mm}$ )を乗せた後、紙おむつの短辺( $140\text{ mm}$ )の一端(上端)をガムテープでアクリル板に固定し(紙おむつとガムテープとの重ねしろ:一端部から $1\text{ cm}$ 幅)、おむつを固定した一端(上端)が上部となるようにアクリル板を $45$ 度に傾けた状態で固定する。ついで一端(上端)から $30\text{ mm}$  {他端(下端)から $330\text{ mm}$ }であって、長辺の両端からそれぞれ $70\text{ mm}$ の部位に、人工尿(塩化カルシウム $0.03$ 重量%、硫酸マグネシウム $0.08$ 重量%、塩化ナトリウム $0.8$ 重量%及びイオン交換水 $99.09$ 重量%)を滴下ポンプ(轟産業株式会社製、商品名CP-21)で $100\text{ g/分}$ の速度で投入した。紙おむつ他端(下端部)より人工尿が漏れ出した時点を終点とし、漏れるまでの人工尿の投入量を求め、これを漏れまでの吸収量とした。

## 【0181】

## &lt;表面ドライ感&gt;

漏れまでの吸収量を測定した後の紙おむつを用いて、この紙おむつ表面のドライ感を10人のパネラーで指触判定し、次の4段階で評価した。10人の平均を求め、表面ドライ感とした。

○:ドライ感良好

△：わずかに湿っぽいが、満足できるレベルのドライ感

×：ドライ感に乏しく、湿っぽい状態、又はドライ感無く、濡れた状態

【0182】

【表 2】

		紙おむつ	紙おむつの性能		
			漏れまでの 吸収量 (g)	表面ドライ感	S D M E 表面ドライネス値 (%)
実 施 例	1 3	1	4 0 0	○	7 7
	1 4	2	3 7 0	○	6 5
	1 5	3	3 8 0	○	7 3
	1 6	4	4 0 0	○	6 7
	1 7	5	4 0 0	○	6 5
	1 8	6	4 3 0	○	7 5
	1 9	7	4 2 0	○	6 6
	2 0	8	3 9 0	○	5 7
	2 1	9	4 5 0	○	6 7
	2 2	1 0	4 3 0	○	6 9
	2 3	1 1	4 4 0	○	7 4
	2 4	1 2	4 3 0	○	6 7
	2 5	1 3	4 6 0	○	8 0
比 較 例	4	1'	3 2 0	△	3 5
	5	2'	3 1 0	△	2 6
	6	3'	3 1 0	△	3 6

【産業上の利用可能性】

【0183】

本発明の吸収性樹脂粒子は、各種の吸収体に適用することにより、モレにくい吸収性物品にすることができる。特に、紙おむつ（子供用紙おむつ及び大人用紙おむつ等）、ナプキン（生理用ナプキン等）、紙タオル、パッド（失禁者用パッド及び手術用アンダーパッド等）及びペットシート（ペット尿吸収シート）等の衛生用品に適しており、さらには紙おむつに最適である。

なお、本発明の吸収性樹脂粒子は衛生用品のみならず、ペット尿吸収剤、携帯トイレの尿ゲル化剤、青果物等の鮮度保持剤、肉類及び魚介類のドリップ吸収剤、保冷剤、使い捨てカイロ、電池用ゲル化剤、植物や土壌等の保水剤、結露防止剤、止水材やパッキング材並びに人工雪等、種々の用途にも有用である。

【図面の簡単な説明】

## 【0184】

【図1】拡散下吸収量を測定するための測定装置を模式的に示した正面断面図である

。

【図2】拡散下吸収量を測定するための測定装置を模式的に示した斜視透過図である

。

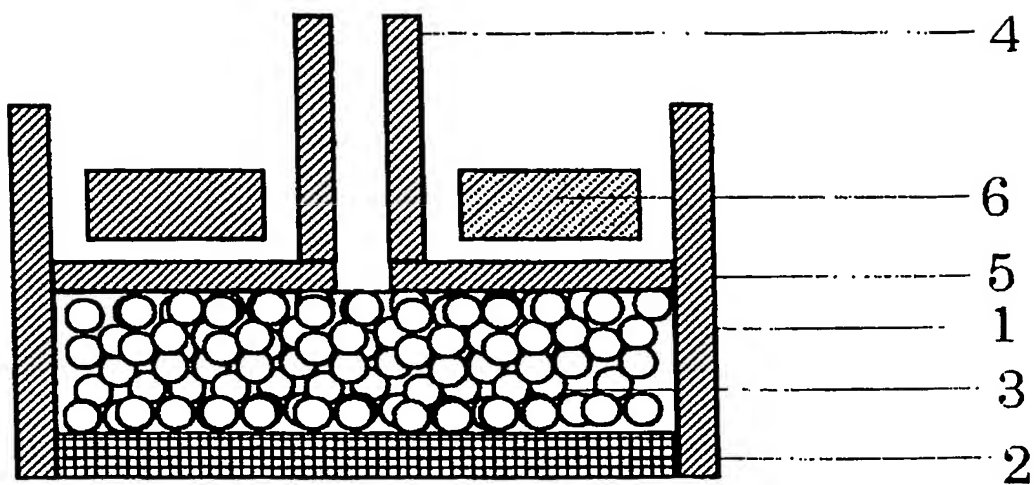
## 【符号の説明】

## 【0185】

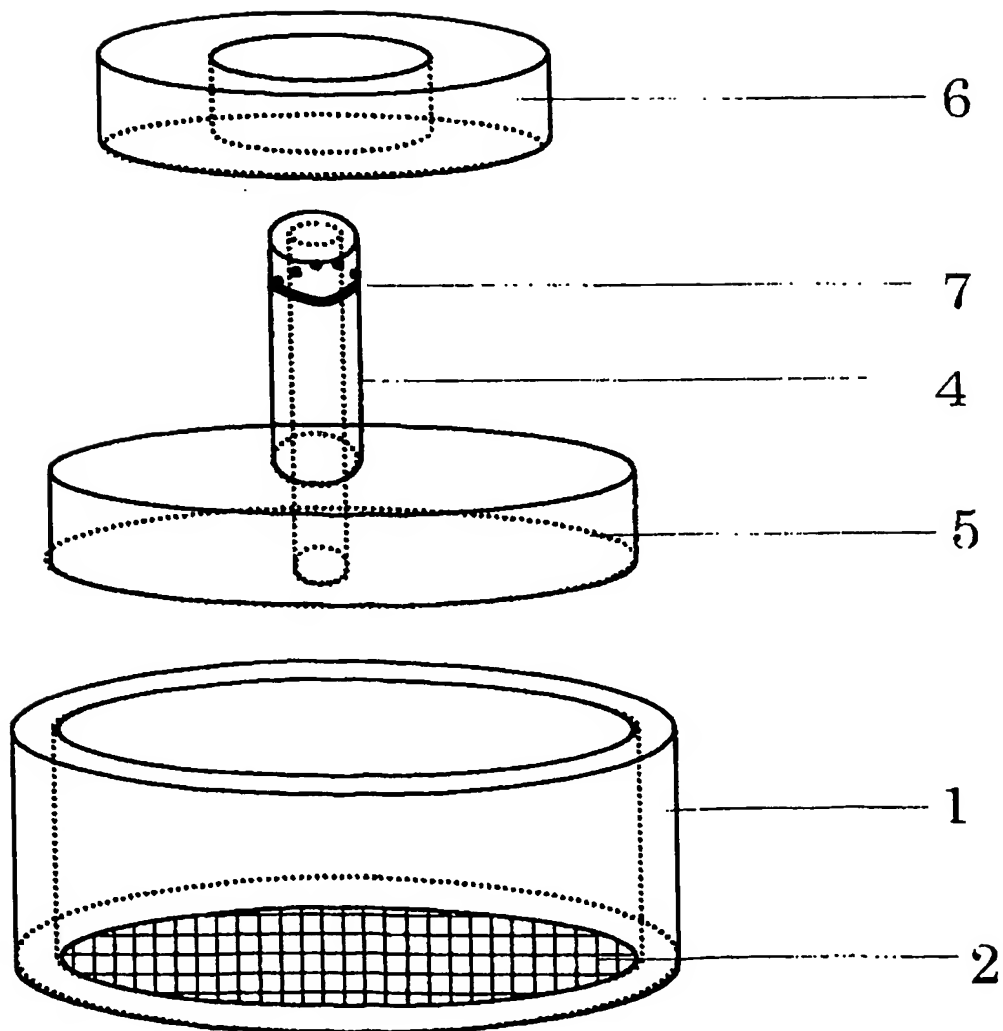
- 1 円筒（内径60mm、長さ50mm）
- 2 金網（1）（目開き150 $\mu$ m）
- 3 測定試料（3）
- 4 投入管（4）（内径4mm、長さ50mm）
- 5 円盤
- 6 リング状重り（6）（外径59mm、内孔径16mm、重量150g）
- 7 投入管（4）の上端から5mm下のライン



【書類名】 図面  
【図1】



【図2】



## 【書類名】要約書

## 【要約】

【課題】どのような状態においても高い吸収性能（吸収量及び吸収速度）を発揮し、モレが生じにくい吸収性物品に用いることができる吸収性樹脂粒子を提供する。

【解決手段】水溶性ビニルモノマー（a1）及び／又は加水分解により（a1）となるビニルモノマー（a2）並びに内部架橋剤を必須構成単位とする架橋重合体を含む含有してなり、拡散下吸収量が40～70mlであることを特徴とする吸収性樹脂粒子を用いる。

拡散下吸収量の測定法：垂直に立てた円筒の底部に金網を有する濾過円筒容器内に測定試料1.25gを投入し、投入管付円盤をのせ、さらに円盤上面にリング状重りをのせた後、10ml／分の速度で生理食塩水を投入管から連続的に注ぎ始めてから金網から生理食塩水が漏出し始めるまでに要した時間（T）を測定し、式（1）から算出する。

## 【数1】

$$\text{拡散下吸収量 (ml)} = 10 \text{ (ml/分)} \times T \text{ (分)} \quad (1)$$

$$\text{拡散下吸収量 (ml)} = 10 \text{ (ml/分)} \times T \text{ (分)} \quad (1)$$

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-307803
受付番号	50301440456
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成15年 9月 1日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成15年 8月29日

特願 2 0 0 3 - 3 0 7 8 0 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 3 0 1 0 2 3 0 0 9 ]

1. 変更年月日  
[変更理由]

住 所  
氏 名

2 0 0 1 年 4 月 2 日

新規登録

東京都中央区日本橋本町一丁目 5 番 6 号

サンダイヤポリマー株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**